2) *Ensaio*

Os dois recipientes, contendo respectivamente o soluto a comparar e o soluto correspondente a um determinado termo da escala, são postos lado a lado, sobre um fundo branco fortemente iluminado, devendo a observação da cor ser feita segundo o eixo longitudinal e conservando a base das provetas à distância de 5 cm do fundo branco.

É preferível considerar duas fases no ensaio.

Na primeira faz-se a comparação sucessivamente com o conteúdo dos recipientes correspondentes aos termos da escala que contém 10, 25, 50 e 75 cm^3 do soluto de nitrato, constituindo 4 zonas, numa das quais estará compreendida a coloração de identidade.

Na segunda fase faz-se a comparação com os termos da escala da zona demarcada na 1.ª fase.

VI — *Cálculos*

$$NO_3' \text{ mg/L} = n$$

em que:

n = teor em NO_3' do termo da escala padrão de coloração idêntica à da amostra.

NOTA: No caso da intensidade de coloração obtida com a água a analisar ser maior do que a do último termo da escala padrão, o mais prático é ir fazendo diluições da água a ensaiar, sucessivamente, de 50 %, 25 % e 10 %, em água destilada, seguindo depois a técnica já indicada.

VII — *Outros métodos de comparação*

Para a comparação pode empregar-se:

1) Colorímetro de Dubosc ou variante.
2) Provetas de Henner.
3) Colorímetro de Hellige ou variante.
4) Célula fotoeléctrica.

NOTA: Para a prática de 1) e 2) toma-se como base um termo da escala padrão.

Para a prática de 3) convém aplicar a seguinte variante do método, tendo em vista o aumento da coloração provocada por maior concentração de ácido sulfúrico. Tomam-se 10 cm^3 da água a ensaiar em vez de 100 cm^3 e adiciona-se cuidadosamente 22 cm^3 do soluto sulfúrico de brucina.

Quando a água a analisar contenha mais de 500 miligramas por litro de Cl' é necessário eliminá-lo.

Aquecer 50 cm^3 da água a analisar e adicionar sulfato de prata em pó na proporção de 3 partes para 1 de Cl'. Deixar arrefecer, completar o volume de 50 cm^3, filtrar e em 10 cm^3 do filtrado seguir a técnica já indicada.

Especialmente para 4) terá de fazer-se uma escala padrão igual à indicada, convindo no caso de se efectuarem análises repetidas construir um gráfico a partir dos dados obtidos.

VIII — *Resumo de outros métodos colorimétricos:*

Pode fazer-se a comparação das colorações obtidas pela acção do ião NO_3' com:

1) A α-difenilamina dando coloração azul (reacção não especificada).

2) O ácido fenildisulfónico com formação de ácido pícrico e sua transformação em picrato de amónio, de cor amarela.

f) Nitritos — NO_2'

I — *Fundamento do método*

Os nitritos doseiam-se por colorimetria, provocando a sua decomposição pelo ácido sulfanílico com libertação de ácido nitroso que por seu turno reage com o excesso do reagente obtendo-se um composto que com o α-naftol dá uma coloração devida à formação dum corante azoico.

$$NO_2H + C_6H_4(SO_3H)NH_2 + C_{10}H_6(OH) \rightarrow \begin{array}{l} N - C_6H_4(SO_3H) \\ \| \\ N - C_6H_4(OH) \end{array}$$

II — *Amostra*

100 cm³ de água recentemente colhida.

III — *Reagentes*

1) Ácido sulfanílico
2) α-naftol
3) Soluto padrão de nitrito de sódio a 0,15 ‰ (1 cm³ <> 0,1 miligrama de NO_2') (¹)

IV — *Material*

1) Chupetas graduadas de 1 a 100 cm³
2) Matrases de Erlenmeyer de 250 cm³
3) Varetas de vidro
4) Escala padrão:

Provetas de igual diâmetro ou tinas de igual secção, de fundo plano, de vidro incolor, com cerca de 120 cm³ de capacidade (~ 16 a 18 cm de altura).

V — *Técnica*

α) *Preparação da amostra*

A 100 cm³ da água adicionar uma mistura feita na ocasião de 0,06 g de ácido sulfanílico e de 0,02 g de α-naftol; agitar e fazer a comparação decorridos 15 minutos.

β) *Comparação*

1) *Escala padrão*

A escala padrão adoptada tem 16 termos correspondentes aos seguintes volumes de soluto de nitrito de sódio, perfazendo 100 cm³ com água destilada a que em seguida se adiciona a mistura de ácido sulfanílico e α-naftol.

(¹) Como o nitrito de sódio é difícil de se obter puro e é higroscópico, em geral obtém-se por dupla decomposição entre o nitrito de prata e o cloreto de sódio.

Pesar 0,3345 g de nitrito de prata, dissolver em 900 cm³ de água destilada, adicionar 0,15 g de cloreto de sódio, completar o volume de 1000 cm³, deixar assentar e filtrar.

QUADRO I

Ordem da escala	cm³ de sol. de NO_2 Na	mg/L de NO_2'	Ordem da escala	cm³ de sol. de NO_2 Na	mg/L de NO_2'
1	0	0	9	6,0	6,0
2	0,10	0,10	10	8,0	8,0
3	0,25	0,25	11	10,0	10,0
4	0,50	0,50	12	12,0	12,0
5	0,75	0,75	13	14,0	14,0
6	1,0	1,0	14	16,0	16,0
7	2,0	2,0	15	18,0	18,0
8	4,0	4,0	16	20,0	20,0

2) *Ensaio*

Os dois recipientes contendo respectivamente o soluto a comparar e o soluto correspondente a um determinado termo da escala, são postos lado a lado, sobre um fundo branco fortemente iluminado, devendo a observação da cor ser feita segundo o eixo longitudinal e conservando a base das provetas à distância de 5 cm do fundo branco.

É preferível considerar duas fases no ensaio.

Na primeira faz-se a comparação sucessivamente com o conteúdo dos recipientes correspondentes aos termos da escala que contém 0,1 — 1 — 10 e 20 cm³ do soluto de nitrito constituindo 4 zonas, numa das quais estará compreendida a coloração de identidade.

Na segunda fase faz-se a comparação com os termos da escala da zona demarcada na 1.ª fase.

VI — *Cálculos*

$$NO_2' \text{ mg/L} = n$$

em que:

n = teor em NO_2' do termo da escala padrão de coloração idêntica à da amostra

NOTA: No caso da intensidade de coloração obtida com a água a analisar ser maior do que a do último termo da escala padrão, o mais prático é ir fazendo diluições em água destilada, da água a ensaiar, sucessivamente de 50 %, 25 % e 10 %, seguindo depois a técnica indicada.

VII — *Outros métodos de comparação*

Para a comparação pode empregar-se:

1) Colorímetro de Dubosc ou variante.
5) Provetas de Henner.
3) Colorímetro de Hellige ou variante.
4) Célula fotoeléctrica.

NOTA: Para a prática de 1) e 2) toma-se como base um termo da escala padrão.
Para a prática de 3) substituir o α-naftol pela α-naftilamina.
Para a prática de 4) terá de fazer-se uma escala padrão igual à indicada; no caso de se fazerem análises repetidas, construir um gráfico a partir dos dados obtidos.

VIII — *Resumo de outros métodos colorimétricos*

1) Método de Trommsdorff.

Funda-se na libertação do iodo dos iodetos pelo ião NO_2' em meio ácido que em presença do amido dá coloração azul. (Não é reacção específica, não podendo ser empregada em presença de sais férricos, do ozono, dos hipossulfitos, etc.).

2) Coloração obtida com a metafenilenadiamina em meio sulfúrico pela formação dum corante azoico (vesuvina ou castanho de Bismarck).

Apêndice: (*Determinações não usuais*).

g) Iodetos — I

I — *Fundamento do método*

Extracção dos iodetos alcalinos, por meio do álcool, do resíduo seco da água.

Sua oxidação ulterior pelo cloro com transformação em iodato e dosagem deste por iodometria.

$$1)\ I' + 6\ Cl' + 3\ HO_2 = IO_3' + Cl' + 6\ H^+$$

$$2)\ IO_3 + 5\ I' + 6\ H^+ = 3\ OH_2 + I_2$$

II — *Amostra*

1000 cm³ da água a ensaiar.

III — *Reagentes*

1) Soluto saturado de carbonato de potássio.
2) Alcool de 96 %.
3) Soluto de heliantina a 0,1 %.
4) Ácido sulfúrico a 10 %.
5) Soluto N/10 de ácido clorídrico.
6) Água de cloro, recente.
7) Mármore em pó.
8) Ácido fosfórico a 25 %.
9) Iodeto de potássio.
10) Cosimento de amido.
11) Soluto N/100 de hipossulfito de sódio.

IV — *Material*

1) Capsula de quartzo ou de porcelana.
2) Matrases de Erlenmeyer de 200 — 250 cm³.
3) Funil de 8 cm de diâmetro.
4) Copo cilíndrico de 100 cm³.
5) Galhetas de Mohr de 25 cm³.
6) Chupetas graduadas.

V — *Técnica*

Alcaliniza-se com soluto saturado de carbonato de potássio 1000 cm^3 da água a analisar e evapora-se à secura.

Trata-se o resíduo com 20 cm^3 de álcool de 96 °/₀, triturando-o por meio da mão dum almofariz; decanta-se e filtra-se para um matrás. Repete-se o tratamento por mais 5 vezes, empregando 20 cm^3 de álcool de cada vez. Elimina-se o álcool por evaporação, adiciona-se 50 cm^3 de água, 2 gotas de soluto de heliantina e ácido sulfúrico a 10 °/₀ até à viragem.

Adiciona-se 10 cm^3 de ácido clorídrico N/10 e, seguidamente, 2 a 3 cm^3 de água de cloro. Agita-se e deixa-se em repouso durante 10 minutos. Adiciona-se cerca de 1 g. de mármore em pó, ferve-se para eliminar o excesso de cloro e eventualmente o bromo que provenha dos brometos da própria água, reconhecendo-se que a eliminação é total se pela adição de 1 gota de soluto de heliantina a coloração se mantiver. Deixa-se arrefecer e ajunta-se 5 cm^3 do ácido fosfórico e 0,2 g. de iodeto de potássio, abandonando-se a mistura durante 15 minutos em lugar escuro. Doseia-se o iodo que se libertou adicionando soluto N/100 de hipossulfito de sódio até ao desaparecimento da cor amarelada ou da cor azul quando se empregue o cozimento de amido como indicador.

NOTA: Em caso negativo deve empregar-se uma toma de 5—10 ou mais litros de água.

VI — *Cálculos*

$$I\ mg/L = n \times \frac{126.920}{600.000} \times \frac{1000}{V}$$

$$= n \times 0{,}2115 \times \frac{1000}{V}$$

em que:

n = número de cm^3 de hipossulfito gasto
V = volume da toma

h) Ácido sulfídrico e sulfuretos — SH_2 e SM_2

I — *Fundamento do método*

Libertação e arrastamento do SH_2; sua transformação em sulfureto de cádmio; dosagem iodométrica do sulfureto formado.

II — *Amostra*

1000 cm^3, pelo menos, de forma a encher por completo o frasco da amostra.

III — *Reagentes*

1) Soluto de acetato de cádmio:

Acetato de cádmio	5 gramas
Ácido acético	30 cm^3
Água destilada q. b. para	100 cm^3

2) Soluto a 25 °/₀ de ácido fosfórico
3) Soluto N/100 de iodo

4) Soluto N/100 de hipossulfito de sódio
5) Cozimento de amido
6) Bicarbonato de sódio

IV — *Material*

1) Aparelho para destilação em corrente de gás inerte (anidrido carbónico) [1]
2) Copos de precipitação
3) Aparelho produtor de anidrido carbónico
4) Cadinhos de Gooch com amianto ou cadinhos porosos de porcelana ou de vidro
5) Galheta graduada de 25 cm^3
6) Chupetas graduadas
7) Matrases de Erlenmeyer de 250 cm^3

V — *Técnica*

Verter 1000 cm^3 da água no balão do aparelho destilatório; adicionar 25 cm^3 de soluto de ácido fosfórico e 1 grama de bicarbonato de sódio. Montar o aparelho ligando o balão ao refrigerante, e este a uma empola de vidro afilado na ponta que durante toda a operação deve conservar-se mergulhada num copo contendo o soluto de acetato de cádmio ($\sim$ 50 cm^3).

Destilar 100 cm^3, tendo o cuidado de conservar num débito reduzido a corrente de anidrido carbónico que passa por todo o aparelho para arrastamento total do SH_2.

Desligar o refrigerante e abandonar o copo contendo o destilado durante 10 horas; filtrar por cádinho de Gooch ou cadinho poroso, lavar ràpidamente o precipitado com água destilada e finalmente colocar o cadinho-filtro no qual ficou retido o precipitado amarelo de sulfureto de cadmio, num frasco de boca larga e de rolha esmerilada contendo 50 cm^3 de soluto N/100 de iodo e 20 cm^3 do soluto de ácido fosfórico. Abandonar durante algum tempo e dosear o excesso de iodo pelo hipossulfito de sódio (Vidé «Oxigénio dissolvido»).

VI — *Cálculos*

$$SH_2 \text{ mg/L} = (50 - n) \times \frac{34{,}076}{2 \times 100 \times 1000}$$

$$= (50 - n) \times 0{,}1704$$

em que:

n = número de cm^3 do soluto de hipossulfito N/100 gasto no ensaio.

VII — *Outro método:*

Pode efectuar-se a dosagem do SH_2 por iodometria.

Empregar igualmente 1000 cm^3 da água a que se adiciona 50 cm^3 de soluto N/100 de iodo e 10 cm^3 de soluto a 10 % de cloreto de bário; ajuntar 50 cm^3 de soluto N/100 de hipossulfito de sódio, 1 cm^3 de cozimento de amido e soluto N/100 de iodo até obter leve coloração azul.

Fazer um ensaio em branco empregando a água a ensaiar mas depois de isenta de sulfídrico e sulfuretos, abandonando-a em frasco destapado até não ser perceptível o cheiro a sulfídrico.

---

[1] Qualquer que seja o dispositivo utilizado deve ter-se o cuidado de não se usar rolhas de borracha e as ligações de tubos de vidro com este material devem ser feitas justapondo os tubos topo a topo.

Cálculos

$$SH_2\ mg/L = (n - n') \times 0{,}1704$$

em que:

n = o número de cm^3 do soluto de iodo gasto no ensaio.
n' = o número de cm^3 do soluto de iodo gasto no ensaio em branco.

Este método que evidentemente não é exacto se a água contiver hipossulfitos, poderá usar-se nas determinações «*in loco*».

i) Fosfatos — PO_4'''

I — *Fundamento do método*

Transformação do ião PO_4''' em ácido fosfomolíbdico; redução deste composto pelo estanho com obtenção dum complexo de cor azul cuja intensidade de coloração é proporcional, para teores suficientemente pequenos, à quantidade de PO_4'''.

II — *Amostra*

1000 cm^3 da água a ensaiar.

III — *Reagentes*

1) Ácido sulfomolíbdico:

Soluto a 3 % de molibdato de amónio . . . . . 100 cm^3
Ácido sulfúrico diluido a 50 % em volume . . . . 300 cm^3

2) Soluto a 3 % de cloreto de sódio
3) Folhas delgadas de estanho (tiras de 50 mm × 2 mm)
4) Ácido sulfúrico diluido a 50 % em volume
5) Soluto padrão de fosfato de sódio:

Fosfato de sódio ($PO_4HNa_2,12\ OH_2$). . . . . 3,77 gramas
Soluto a 3 % de cloreto de sódio q. b. para. . . . 1000 cm^3

Cada cm^3 <> 1 mg de PO_4'''

IV — *Material*

1) Cápsulas de porcelana ou de quartzo de 1 litro
2) Funil de 8 cm de diâmetro
3) Copos de precipitação
4) Pipetas graduadas de 1 a 10 cm^3
5) Escala padrão:

Provetas de igual diâmetro ou tinas de igual secção de fundo plano, de vidro incolor e cerca de 60 cm^3 de capacidade (10 a 12 cm de altura).

V — *Técnica*

α) *Preparação da amostra para a comparação:*

Acidular 1000 cm^3 da água com ácido sulfúrico a 50 % e evaporar à secura; adicionar ao resíduo mais 3 cm^3 do ácido sulfúrico e 7 cm^3 do soluto de cloreto de sódio; filtrar,

e ao filtrado adicionar 0,3 cm^3 de ácido sulfomolíbdico; filtrar e mergulhar no líquido uma tira de estanho; decorridos 10 minutos retirar o estanho e completar o volume de 50 cm^3 com o soluto de cloreto de sódio.

β) *Escala padrão*

A escala padrão adoptada tem 14 termos indicados no quadro a seguir, correspondentes aos volumes de soluto de fosfato de sódio (soluto padrão) a diluir com 3 cm^3 de ácido sulfúrico a 50 % e 7 cm^3 do soluto a 3 % de cloreto de sódio, adicionado de 0,3 cm^3 de ácido sulfomolíbdico em que se mergulha uma tira de estanho, retirando-se esta decorridos 10 minutos, completando o volume de 50 cm^3 com o soluto de cloreto de sódio.

QUADRO I

N.º de ordem	cm^3 de sol. de fosf. de sódio	mg/L de PO_4'''
1	0	0
3	0,01	0,01
3	0 025	0,025
4	0,05	0,05
5	0,075	0,075
6	0,10	0,10
7	0,25	0,25
8	0,50	0,50
9	0,75	0,75
10	1,0	1,0
11	1,5	1,5
12	2,0	2,0
13	2,5	2,5
14	3,0	3,0

NOTA: Na falta de folhas de estanho poder-se-á substituir estas por uma gota de soluto a 5 % de cloreto estanoso.

γ) *Ensaio*

Os recipientes conténdo respectivamente o soluto a comparar e o soluto correspondente a um determinado termo da escala, são postos lado a lado, sobre um fundo branco fortemente iluminado, devendo a observação da cor ser feita segundo o eixo longitudinal e conservando a base das provetas à distância de 5 cm do fundo branco.

VI — *Cálculos*

$$PO_4''' \text{ mg/L} = n \,.$$

em que:

n = teor em PO_4''' do termo da escala padrão de coloração idêntica à da amostra

VII — *Outros métodos de comparação*

1) Colorímetro de Dubosc ou variantes
2) Provetas de Henner

3) Colorímetro de Hellige
4) Célula foto-eléctrica

NOTA: Para a prática dos métodos 1) e 2) toma-se como base um termo da escala padrão.

Para o método 4) terá de fazer-se uma escala padrão igual à indicada, convindo no caso de se efectuarem análises repetidas construir um gráfico a partir dos dados obtidos.

j) Arseniatos e Arsenitos — $As\,O_4^{'''}$ e $As\,O_3^{''}$

I — *Fundamento do método*

Formação do $As\,H_3$ pela acção do hidrogénio nascente sobre os compostos de arsénio existentes na água.

Reacção do $As\,H_3$ formado sobre um sal mercúrico, com produção dum complexo de mercúrio de cor característica.

Comparação da coloração obtida com padrões fixos.

$$As\,O_4^{'''} + 11\,H_3 \rightarrow As\,H_3 + 4\,OH_2$$

$$2\,Br_2\,Hg + As\,H_3 \rightarrow \begin{array}{c} As \\ | \\ H \end{array} \left\langle \begin{array}{l} Hg\,Br \\ Hg\,Br \end{array} \right. + 2\,Br\,H$$

II — *Amostra*

2000 cm^3.

III — *Reagentes*

1) Zinco em grenalha.
2) Ácido sulfúrico diluido a 10 %.
3) Soluto a 10 % de sulfato de cobre.
4) Soluto a 1 % de permanganato de potássio.
5) Água oxigenada.
6) Soluto a 10 % de iodeto de potássio.
7) Papel de brometo mercúrico.

Prepara-se mergulhando tiras de papel branco Whatman de 4 milímetros de largura e 16 cm de comprimento, em soluto alcoólico a 5 % de brometo mercúrico e secando-as ao ar e à luz difusa. Guardar em frascos de vidro amarelo.

8) Soluto padrão de arseniato de sódio.

Pesar 0,1424 gramas de anidrido arsenioso seco a 100° C. e dissolver, aquecendo, em 10 cm^3 de soluto a 10 % de hidroxido de sódio. O soluto, depois de frio, é adicionado de água destilada até perfazer o volume de 1000 cm^3.

Para um matrás graduado de 500 cm^3 medir 5 cm^3 deste soluto, dilui-lo com 50 cm^3 de água destilada e aquecer; adicionar 10 cm^3 do ácido sulfúrico diluído e soluto de permanganato de potássio, gota a gota, até coloração rósea persistente; descorar com algumas gotas de água oxigenada; deixar arrefecer e completar o volume de 500 cm^3.

Cada cm^3 contém 0,001 mg de $As\,O_4^{'''}$.

IV — *Material*

1) Matrás de Erlenmeyer de 150 cm^3 ou frasco da mesma capacidade fechados por rolha de cortiça com 4 cm de altura, atravessada por tubo de vidro de 5 mm de diâmetro e 30 cm de comprimento; este tubo é afilado na parte inferior e tem cerca de 1,5 mm de diâmetro na extremidade. A parte do tubo que fica dentro do matrás ou do frasco, tem o comprimento de 4 cm e a 2,5 cm da extremidade afilada encontra-se um orifício lateral de 2 mm de diâmetro; na parte do tubo que fica acima da rolha introduz-se uma tira de papel de acetato de chumbo com 2 cm de largura e 10 cm de comprimento que se enrola sobre si mesma em espiral e, com o auxílio de uma vareta de vidro se leva até à altura da parte superior da rolha; a esta tira faz-se sobrepor de modo semelhante outra tira de papel de filtro, enrolada também em espiral, com 4 cm de largura e com o mesmo comprimento. Finalmente introduz-se a direito a tira de papel de brometo mercúrico, sem a enrolar, suspensa na borda superior do tubo por uma dobra de 1 cm.

2) Matrases graduados de 500 e 1000 cm^3.

3) Chupetas de 1 — 2 — 5 e 10 cm^3 graduadas em décimos.

4) Cápsula de quartzo ou de porcelana.

V — *Técnica*

α) *Preparação da amostra:*

Evaporar, em cápsula de quartzo ou de porcelana, primeiramente a fogo directo e finalmente a B. M., 2000 cm^3 da amostra. Adicionar ao resíduo 20 cm^3 do ácido sulfúrico diluído e, gota a gota, soluto de permanganato de potássio, até que adquira coloração rosea persistente; descorar com algumas gotas de água oxigenada, adicionar 60 cm^3 do ácido sulfúrico diluído e verter para o matrás ou frasco; lavar a cápsula por 2 vezes, com 10 cm^3 de cada vez, com o mesmo ácido diluído; adicionar 8 gs de zinco e 0,5 cm^3 do soluto de sulfato de cobre.

Tapar com a rolha atravessada pelo tubo e introduzir o frasco ou matrás num recipiente com água fria.

Seis horas depois tirar o papel de brometo mercúrico e fixar a mancha mergulhando em soluto de iodeto de potássio; lavar com água destilada e secar entre folhas de papel de filtro.

NOTA: O desenvolvimento gasoso deve ser lento e deve durar pelo menos 6 horas.

β) *Ensaio:*

A escala padrão tem 11 termos e prepara-se da seguinte forma:

Introduzir no aparelho descrito 100 cm^3 do ácido sulfúrico diluído, 0,5 cm^3 do soluto de sulfato de cobre, 0,5 cm^3 do soluto padrão e 8 gs do zinco; tapar o frasco ou matrás com a rolha atravessada pelo tubo e seguir a técnica indicada em α).

Repetir os ensaios com 1, 2, 3..... 10 cm^3 do soluto padrão.

As tiras com as manchas obtidas guardam-se num frasco de vidro amarelo tendo o cuidado de anotar na extremidade oposta à da mancha o volume em cm^3 do soluto padrão empregado.

NOTA: Se a quantidade de As O_4''' existente na água der mancha de coloração mais intensa que a obtida com o último termo da escala padrão, repetir-se-á o ensaio empregando menor quantidade de água.

Se, pelo contrário, a mancha tiver menor intensidade do que a primeira do termo padrão, dever-se-á empregar uma toma que poderá ir até 5.000 cm^3.

VI — *Cálculos*

$$As\ O_4'''\ mg/L = 0{,}001 \times v \times \frac{1000}{V}$$

$$= \frac{v}{V}$$

em que:

v = volume em cm^3 do soluto padrão correspondente à identidade de coloração.
V = Volume em cm^3 da toma.

VII — *Outros métodos*

Quando se tenha de empregar maiores quantidades de água é preferível utilizar o seguinte método:

Evaporar à secura, da mesma forma, 20 ou mais litros da água adicionada de 10 cm^3 de ácido azótico. Ajuntar ao resíduo 50 cm^3 de água destilada, 1 gota de soluto de cloreto férrico e amónia em excesso. Deixar em repouso durante 1 hora e filtrar.

Lavar o precipitado com água destilada, dissolvê-lo em 100 cm^3 do ácido sulfúrico diluído. Adicionar-lhe o soluto de sulfato de cobre e o zinco e seguir a técnica já indicada.

NOTA: O zinco, o ácido sulfúrico, o sulfato de cobre, o permanganato de potássio e a água oxigenada devem ser isentos de arsénio.

(Continua)

Algumas notas sobre as camadas de carvão de S. Pedro da Cova

PELO ENG.º DE MINAS (U. P.) NEFTALI DA COSTA FONSECA

Chefe dos Serviços de Exploração Interior das Minas de S. Pedro da Cova

622.1

Em cada bacia carbonífera não aparece, em geral, apenas uma camada de carvão. Pelo contrário, são geralmente em número elevado os estratos de combustível.

Supondo que em determinada bacia existam várias camadas e que aquela não foi atingida por deslocamentos ou acções tectónicas as quais tenham feito variar as posições relativas iniciais, é em geral fácil estabelecer a continuidade, em grandes extensões, de determinado estrato de carvão.

A dificuldade mais provável que pode surgir na hipótese anterior consiste em a camada se apresentar extemamente reduzida em possança, podendo mesmo ficar representada em determinada extensão por uma faixa mais ou menos xistosa-carbonosa.

Uma vez estabelecida a continuidade das camadas — pelo menos numa extensão interessada — podemos planear fàcilmente qualquer trabalho que implique o conhecimento dessa continuidade, o que correntemente acontece em Lavra de Minas.

O caso normal, todavia, é aquele em que as camadas da bacia foram atingidas por deslocamentos, de modo que a continuidade, pelo menos aparentemente, foi quebrada, não se tornando então simples, por exemplo ao planear trabalhos mineiros, fazer a relacionação de determinados pontos da bacia. Isto é, surge-nos o problema da identificação das camadas e sua correlação. Note-se que falamos de identificação e correlação de camadas como poderíamos falar, na generalidade, de identificação e correlação de estratos.

Assim, para estudarmos este problema, devemos ter em consideração:

1.º — *Características de uma camada de carvão:* O simples enunciado *camada de carvão* presupõe a continuidade física em direcção e inclinação — entre certos limites, é claro — de um estrato geológico diferenciado dos restantes pela natureza especial dos materiais constituintes. Todavia a palavra *camada* terá que ter significado mais extenso, e compreender, além do estrato combustível, as rochas da proximidade imediata, isto é, o teto e muro no sentido que se lhe dá em Lavra de Minas

Com efeito, o muro e o teto que acompanham o carvão contêm características particulares de natureza petrográfica, paleontológica e mecânica, directamente ligadas ao estrato.

Iremos, pois, buscar os índices de uma camada ao próprio estrato de carvão e às rochas encaixantes imediatas.

Vejamos, então, os elementos de que poderemos usar.

Temos em primeiro lugar os geométricos: *direcção, inclinação* e *possança*. E em segundo, índices de vária ordem, como *dureza e compacidade do carvão, rede de juntas* (de diferentes naturezas e designadas na generalidade por *lisos*), *intercalações estéreis, estrutura íntima do carvão*, maior ou menor *frequência* de nódulos mais ou menos ferruginosos (*coal-balls*, *spherosiderite*, etc.), ocorrência de *leitos de pirite*, existência de *grisu*, etc.

Podemos mesmo fazer intervir *índices químicos médios* do carvão da camada:

percentagem de cinzas, matérias voláteis, carbono fixo, precentagem de S, etc.

Nas características geométricas o principal elemento é a possança.

Os elementos geométricos da camada mantêm-se dentro de limites pouco afastados quando não sobrevêm acções tectónicas importantes. Mas, de maneira geral, houve sempre perturbações e os índices geométricos variam por vezes com rapidez surpreendente ao longo do estrato de carvão.

Mais acentuadas são as variações rápidas de possança, em que se passa por vezes quase bruscamente de 0m para 3m e 4m e mais, para logo adiante ao mesmo nível se atingir novamente 0m.

Nas camadas das bacias inglesas tão notáveis pela sua regularidade ainda aquelas que menos perturbadas foram, poucas milhas quadradas apresentam em que não se observe uma dobra ou falha com rejeito de 100 pés ou mais.

Quanto às características do teto e do muro são de considerar as de natureza paleontológica e petrográfica, e mecânica.

O aspecto puramente petrográfico do muro ou teto varia por vezes ràpidamente tanto em direcção como inclinação, e, isto, relativamente à mesma camada.

Mas pode acontecer, embora raramente, que o teto ou o muro, ou ambos, mantenham características petrográficas bem individualizadas em grandes áreas. O mesmo se pode dizer quanto a características mecânicas, e peleontológicas.

2.º — *Camadas índices e estratos índices:* Acabamos de ver as características principais de uma camada. Tudo o que dissemos se aplica a qualquer camada de uma bacia.

Como já vimos temos por vezes necessidade de, em certos pontos da bacia, saber a nossa posição no seio das formações da mesma, isto é, precisamos de nos orientar, digamos, geològicamente.

Na Lavra de Minas, em cada ponto, além das coordenadas topográficas é muito importante o que poderemos denominar «coordenadas geológicas», isto é, precisamos de saber a que camada (ou filão, etc). pertence o ponto, quando se trata de tal, atingido numa camada (ou filão, etc.). Isto por causa da continuidade dos trabalhos e das ligações que necessitamos sempre estabelecer para obedecer àquele princípio fundamental do máximo aproveitamento racional do jazigo. Ora, acontece que nas bacias carboníferas existe, em geral, o que se denomina *leitos índices,* que englobam *camadas índices* e *estratos índices.*

Camadas índices: são aquelas que se distinguem nìtidamente das restantes por qualquer das suas características atrás mencionadas isto é, camadas que uma vez atingidas, mesmo estando deslocadas, se torna possível reconhecer com facilidade.

Estratos índices: estratos diferentes do carvão e que se mantêm com as suas características em grandes extensões dentro da bacia.

Tanto as *camadas índices* como os *estratos índices* constituem o que poderemos denominar *referenciais geológicos.*

Pelo que diz respeito a uma *camada índice,* uma possança bem distinta da de outras pela sua regularidade e grandeza é bom elemento de eleição da camada como tal.

De modo geral, em regiões atingidas por profundos deslocamentos tectónicos as características geométricas das camadas perdem o seu valor.

Neste particular é interessante notar que em certas bacias a tectónica pode ter determinado modificação acentuada nas possanças de modo tal que a *percentagem de carvão* em qualquer perfil e para cada nível parece manter-se; é o que parece observar-se algumas vezes nas estruturas em rosário, quando existem várias camadas. Isto dá em resultado, frequentemente, que se existirem *n* camadas, há em perfil *n-m* camadas exploráveis, número este quase constante. ([1])

Ocorrem também, por vezes, leitos estéreis dentro da camada que a acompanham em grande extensão, podendo, por isso, caracterizá-la muito bem.

A presença do «coal balls» é índice importante, pois pela sua permanência e

([1]) Cf. Prof. Farinas d'Almeida (Lições na Faculdade de Engenharia).

estrutura pode servir para caracterizar bem uma camada.

O exame microscópico do carvão pode revelar índice diferenciador bem marcado, de maneira a tornar a camada índice. O índice paleontológico das camada, principalmente o paleobotânico pode ser de importância decisiva quando devidamente manejado.

Apontam-se como *estratos índices* muito característicos os conglomerados, certos bancos de natureza argilosa, ou outros constituídos por carbonato de ferro, ainda leitos de pirite, etc.

3.º *O problema da identificação e correlação das camadas:* Cada camada, em geral, apresenta certa individualidade que a distingue mais ou menos das outras.

Se não é *camada índice,* a sua identificação nos casos em que tal problema possa surgir — falhas, dobras, estiramentos, presença de número anormal de bancos de carvão em trabalhos subterrâneos ou sondagens, etc. — será feita lançando mão das características mais notórias e comparando-as com as de outras camadas bem conhecidas na bacia, sem nunca esquecer o conjunto delas e suas posições relativas normais.

Este problema toma por vezes grande acuidade em bacias que contêm grande número de camadas de carvão.

Nas bacias de tipo acentuadamente lacustre onde na generalidade as possanças são maiores e o número de camadas reduzido, o problema é normalmente mais simples.

É claro que numa mesma bacia carbonífera pode haver fósseis que acompanham todas as camadas de carvão pelo teto ou pelo muro, ou por ambos simultâneamente. Pode haver fósseis característicos de cada camada e este será o caso óptimo de se achar um índice paleontológico. Em todo o caso o melhor recurso está na observação da associação dos fósseis que aparecem no muro ou no teto de cada camada, de maneira a estabelecer a frequência de determinados agrupamentos de espécies. Várias técnicas têm sido propostas especialmente para fósseis vegetais.

A maior ou menor frequência de certa espécie, a maior ou menor frequência da associação de determinadas espécies, a própria disposição e grau de conservação dos fósseis, tudo devidamente interpretado pode servir de guia para identificar um teto ou um muro com maior ou menor aproximação.

Os *estratos índices* têm, na generalidade dos casos, maior importância do que as *camadas índices* porque as características petrográficas e paleontológicas são normalmente muito bem marcadas, evidentes, e estendem-se por grandes áreas.

Se a camada não é *índice*, fazemos a sua identificação referindo-a topográfica e geològicamente a *leitos índices* se os houver e se for possível estabelecer essa referência; no caso contrário analisamos o maior número possível de características da camada em estudo e còmparamos com os casos bem conhecidos da bacia.

Teòricamente podemos, pois, sempre procurar identificar uma camada e fazer a sua correlação dentro de determinada bacia ou mesmo em bacias diferentes.

Os *leitos índices*, nalguns casos, serão os melhores guias destas identificações e correlações, principalmente nos problemas que envolvem comparação de camadas de bacias carboníferas separadas por descontinuidades actuais grandes.

O problema da identificação e correlação pode, como é evidente, pôr-se em qualquer campo de exploração, quer da mesma Mina ou mesma bacia, quer num conjunto de bacias.

A eficiência do estudo em questão estará na razão directa do número dos dados recolhidos e na competência e prática do Técnico — Geólogo ou Engenheiro — que o realizar.

Em resumo: no estudo de uma bacia carbonífera são fundamentais entre outros os seguintes pontos:

1.º Procurar reconhecer as características das camadas (o estrato de combustível, o muro e o teto).

2.º Seriar as características de cada camada por ordem de importância.

3.º Procurar estabelecer os *leitos índices* que houver (*camadas índices* e *estratos índices*).

A identificação por fósseis vegetais e

nalguns casos por fósseis de animais de água doce tem provado ser difícil e insegura.

Apesar disso constitui o método geralmente mais usado, por ser de mais fácil e imediata observação e por ter dado em alguns casos óptimos resultados, podendo citar-se exemplos brilhantes de tal técnica.

Processo em que se depositam grandes esperanças é o baseado nos métodos de análise microscópia do carvão ([1]).

* * *

Vamos agora referir alguns factos relacionados com as considerações anteriores e que dizem respeito às camadas de carvão da Mina de S. Pedro da Cova. Tudo se referirá à zona da bacia carbonífera compreendida entre o extremo N. da concessão de S. Pedro da Cova e a parte N. da concessão do Passal.

Sem entrarmos, por agora, em mais pormenores, diremos que se trata de bacia límnica de camadas com média e grande possança, de estrutura aproximada da lenticular, com lentículas de, relativamente, grandes dimensões, separadas por zonas de simples estreitamentos quase estéreis ou mesmo estéreis.

Há um facto que nunca é de mais realçar devidamente e que domina completamente a continuidade das camadas de carvão: é a marca bem impressa do deslocamento ou deslocamentos tectónicos que actuaram sobre o complexo antracolítico.

O aspecto primitivo que deviam apresentar as camadas já formadas foi por vezes completamente alterado, absolutamente mascarado, pelas acções dinamometamórficas. O ter isso em consideração em todos os momentos é fundamental na interpretação da continuidade dos estratos (com carvão ou sem carvão) antracolíticos.

As camadas de combustível foram, por assim dizer, as superfícies singulares por onde se fizeram escorregamentos quando houve os deslocamentos tectónicos.

O carvão teria assim desempenhado um papel de lubrificante no funcionamento do processo tectónico que sofreu toda a zona antracolítica. Está aqui bem patente uma tectónica plástica que merece cuidado estudo.

As consequências principais de tudo isto foram as irregularidades, por vezes notáveis, dos elementos geométricos das camadas (especialmente a possança), e as modificações de algumas propriedades do próprio carvão que fatalmente se deviam ter operado.

Actualmente estão conhecidas devido aos trabalhos do fundo, várias camadas de antracite, porém cinco de entre elas são as mais importantes por apresentarem caracteres de maior continuidade, em direcção e nos diversos níveis atingidos. Mas o número de estratos de carvão é por vezes, em alguns perfis, muito superior como o mostram, por exemplo, as figs. 1 e 2, que representam os astiais N. de duas travessas.

* * *

Indiquemos agora as características que melhor se observam em cada camada, alguns factos relacionados com a identificação das mesmas, e certas generalidades interessantes.

A 1.ª camada mostra-se nìtidamente individualizada, sendo, todavia, constituida em certas extensões, por dois bancos que estão sempre próximos.

A 2.ª camada apresenta por vezes (em especial na parte S da concessão de S. Pedro da Cova) dois bancos designados por 2.ª A e 2.ª B. Na parte N. só um banco tem os verdadeiros caracteres da 2.ª camada.

A 3.ª e 4.ª camadas, em certos pontos, precisam de ser convenientemente identificadas em especial quando na abertura de travessas se cortam vários bancos de carvão em número fora do normal, com características geométricas semelhantes.

Os bancos para E. da 4.ª são mal definidos por enquanto, se bem que alguns estão a ser explorados com óptimo rendimento tanto em qualidade como em quantidade do carvão.

Sòmente numa determinada área houve uma zona denominada 5.ª camada que apre-

---

([1]) O Engenheiro Henrique de Oliveira pensa fazer por este processo o estudo comparativo das várias camadas da Bacia Carbonífera do Douro.

TRAVESSA "2 IRMÃOS„ — 2.° PISO

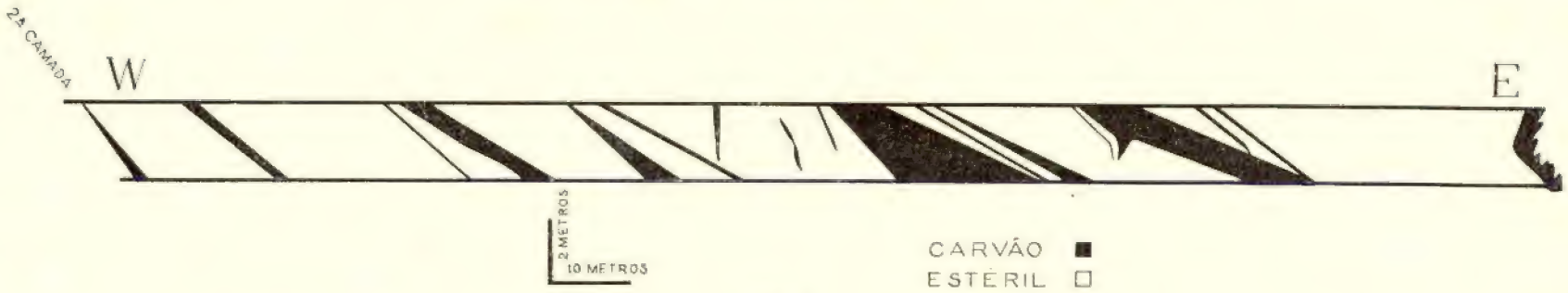


FIG. 1

TRAVESSA S.TA BÁRBARA — 5.° PISO

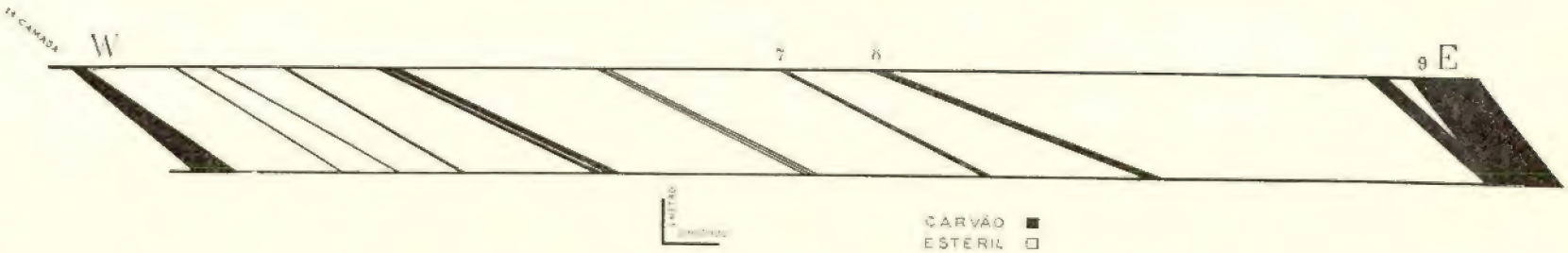


FIG. 2

sentou caracteres de continuidade bem marcados.

Muitos bancos de carvão de menor importância estão por vezes ligados aos principais, mas perdem-se em direcção e profundidade.

Passemos a analisar camada por camada quanto à *natureza do carvão e aos elementos geométricos.*

1.ª **camada**: Rica em *antracites finas,* é variado o aspecto dos carvões; mantêm-se em geral duros, brilhantes. Em geral é nas zonas «apertadas», ou de menor possança que nesta camada aparecem com maior frequência os «barrés» ou raianos autênticos.

Nas zonas de maiores possanças a camada mostra uma rede de juntas que, por vezes, facilita bastante o desmonte.

Aparece nesta camada com muita frequência o *carvão com olhos,* estrutura orbicular muito nítida.

Os olhos são predominantemente elípticos e chegam a ter um diâmetro maior superior a 5 cm.

A existência de «olhos» não nos parece, pelo que temos observado repetidas vezes, estar ligado intrinsecamente a este ou àquele constituinte de carvão; pelo contrário o grau de desenvolvimento destes olhos parece atingir o óptimo nas faixas de antracite mais pura (onde há predomínio de vitrito).

A estrutura orbicular ocorre nos carvões de todas as camadas, em algumas, porém, ela toma aspectos particulares, como se verá.

Em zonas de estreitamento da camada, são muito frequentes os nódulos ferruginosos que se apresentam de preferência no contacto do estrato de combustível com o seu muro, embora os tenhamos já notado no seio da própria camada.

Quanto aos *elementos geométricos,* pelo que diz respeito a *direcção e inclinação,* não são frequentes os afastamentos da média.

Quanto a *possança,* é a camada que maiores valores tem apresentado até hoje, cerca de 20 metros na parte S. da Mina.

Esta camado tem, contudo, um carácter muito particular de continuidade que a torna bem distinta das outras.

2.ª **camada**: É das mais bem individualizadas da bacia, o seu carvão apresenta um aspecto bastante característico em toda a extensão que temos observado: é predominantemente duro, com grande percentagem de raianos.

Poucas zonas apresenta de antracites finas. O combustível mostra frequentemente intercalações estéreis e nódulos de natureza ferruginosa; estes têm, na média, menores dimensões, do que nas outras camadas; além disso apresentam-se muito piritosos, com pirite em pequenos cristais, finamente disseminada.

A 2.ª camada apresenta caracter relativamente regular quanto aos seus elementos geométricos.

As principais características desta camada são: aspecto macroscópico do seu carvão nìtidamente raiano com, relativamente, alto teor em cinzas e fortemente carregado de nódulos piritosos.

3.ª **camada**: Quanto à natureza do carvão esta camada tem a particularidade de ser a que contém maior percentagem de combustível que ocorre dobrado, pulverizado por vezes.

É muito especial o aspecto do carvão: a acção do dinamometamorfismo foi sofrida por todas as camadas; mas a 3.ª, mercê de circunstâncias que não podemos aqui analisar, é talvez a que contém traços mais evidentes dessa acção, com o carvão e intercalações estéreis (raras aliás) finamente dobrados; frequentes vezes o carvão encontra-se aqui como que amassado e em bolas grosseiras formadas por camadas várias, concêntricas, com disjunção esferoidal, tudo resultado do intensíssimo enrugamento dos materiais. Esta estrutura é designada vulgarmente na Mina por «camada revoltada» ou «camada enconchada».

E nas zonas de antracite de melhor qualidade (menor percentagem de cinzas) que se observam mais frequentemente tais aspectos, autênticos «novelos» de carvão pulverulento, mas formados *única* e *exclusivamente* pela acção tectónica. Este aspecto é sobretudo vulgar nas zonas onde se deu, por assim dizer, o refluimento do carvão e portanto onde se verificam as maiores possanças. Não vem para aqui, evidentemente, fazer a análise teórica de tudo isto, embora

seja geològicamente notável e de grande importância na descoberta da estrutura particular do jazigo e sua exploração.

O carvão apresenta se também muitas vezes firme, com nítida estrutura orbicular, mas nos pontos em que tal acontece, fragmenta-se geralmente com muita facilidade.

Tem-se observado aqui algum grisu, mas a concentração ou outras condições particulares apenas até hoje deixaram observar uma deflagração um tanto rápida.

Quanto a elementos geométricos observam-se alguns pontos singulares notáveis.

4.ª Camada: O carvão aqui é geralmente de boa qualidade, quer se apresente «firme» quer se apresente «revoltado».

Quando «firme» apresenta estrutura orbicular muito característica. Convém frisar aqui que esta estrutura, embora observável mais ou menos nos carvões de todas as camadas, é muito particular o seu aspecto na 4.ª camada. Com efeito os «olhos» são aqui muito regulares, pequenos, de secção circular, com um ponto muito bem marcado no centro, diferentes dos «olhos» das outras camadas que são normalmente elípticos e muitas vezes de maiores dimensões — especialmente na 1.ª e 5.ª. (1)

Mas a 4.ª camada foi também notàvelmente afectada pelas acções dinamometamórficas; estas determinaram em certas áreas — como anàlogamente sucede nìtidamente na 3.ª — estrangulamentos, originando-se uma disposição em lentículas grosseiramente elípticas e de menores dimensões do que na generalidade dos casos, como já nos referimos.

As intercalações estéreis apresentam-se vulgarmente ao longo da camada, em geral ferruginosas, bastante regulares e de pequena possança.

Convém acentuar que, no aspecto microscópico, certos carvões da 4.ª se assemelham notavelmente aos carvões mais finos da 1.ª: ambos têm o aspecto brilhante, luzidio, mas o carvão da 4.ª apresenta um sistema de juntas mais apertado, é normalmente menos denso e desagrega-se mais fàcilmente na generalidade dos casos mesmo quando tem aparência de compacto, «firme».

Quanto ao aspecto geométrico esta camada é bastante semelhante à 3.ª.

5.ª camada: Apresenta antracites muito finas, comparáveis às melhores da 1.ª e da 4.ª, com estrutura orbicular muito frequente.

É camada bastante irregular quanto aos elementos geométricos tendo variações bruscas de inclinação muito acentuadas.

Principalmente na parte S. da Mina aparecem mais bancos de carvão que por vezes tendem a individualizar-se mas que mantêm características de continuidade bastante semelhantes.

Em todo o caso não falaremos ainda de 6.ª e 7.ª camadas. Este assunto necessita de alguns dados ainda não perfeitamente definidos.

O S. da Mina, parte que liga à antiga Mina do Passal, é geològicamente muito notável e precisa de interpretação cuidadosa e ainda demorada.

Podemos mesmo dizer que quase todas estas notas sobre as camadas de carvão de S. Pedro da Cova não estão ligadas a qualquer concepção geológica de conjunto que tenhamos da região.

***

Vamos agora analisar alguns aspectos gerais do teto e muro de cada uma das camadas.

1.ª camada: O muro imediato à camada é em geral de xisto argiloso mais ou menos carbonoso que gradualmente vai passando para W. a rocha brechoide (1), com aspecto muito característico, ao longo de toda a bacia.

O teto em determinadas zonas é extremamente fossilífero; os deslocamentos tectónicos pouparam certas «ilhotas» do teto de modo que os fósseis aí se apresentam bem proporcionados, não distorcidos, ao contrá-

(1) A esta estrutura particular dá-se na Mina a designação de «olhos de bicha» (bicha-cobra).

(1) Cf. Artur C. Medeiros: Contribuição para o Estudo do Paleozóico da margem direita do Douro — Estudos, notas e trabalhos do Serviço de Fomento Mineiro — Porto, 1945.

rio do que frequentemente acontece em muitos outros pontos da mesma camada.

De maneira geral em todas as camadas faltam fósseis em bom estado; em virtude das convulsões que se deram apresentam-se contorcidos, esmagados, estirados, encurtados, etc

Certos pontos do teto da 1ª camada são os que até hoje têm apresentado os melhores exemplares paleobotânicos (2.º Piso-Norte).

São aqui abundantíssimas as espécies de *Anulárias, Asterofilite, Dicranophilum, Ovopteris, Pecopteris,* etc.

É muito característico existir no teto, quase imediato à camada, um conglomerado brechoide (bem assinalável especialmente na parte S. da Mina); esta formação está representada em determinadas zonas por grês grosseiro; no teto imediato à camada é muito vulgar um grês fino.

2.ª camada: O teto é geralmente liso, regular, por vezes com extrema abundância de fósseis maus, mal definidos, entrelaçados, com aspecto de conjunto bastante característico.

Especialmente na parte N. da Mina o teto da 2.ª camada apresenta caracteres de notavel regularidade; é este o teto que parece ter sofrido menos deformações, apresentando-se em extensas áreas, muito bem estratificado, com aspecto absolutamente singular.

Não queremos deixar de fazer a seguinte observação embora seja aqui deslocada: apesar do aspecto que acabamos de evidenciar e que à primeira vista poderá incutir confiança no seu comportamento quanto ao futuro da excavação feita, é um teto dos mais perigosos que temos.

Observam-se também com frequência fósseis pelo muro.

3.ª camada: O teto contém vulgarmente grande quantidade de fósseis; são muito vulgares na 3.ª camada grandes exemplares de *Pecopteris Cyathea* e de outras espécies, mas em todo o caso sem a nitidez impressionante de alguns exemplares do teto da 1.ª camada.

O muro apresenta-se normalmente liso, sem fracturas em contraposição com o aspecto frequente do teto.

4.ª camada: O muro e o teto são aqui em geral fortemente fossilíferos: é extraordinária a abundância de *Anulárias e Cordaítes* em determinadas áreas; então os fósseis aparecem empastados, especialmente na zona S. da Mina, se bem que a 4.ª é nìtidamente fossilífera em toda a extensão em que a temos assinalado.

O muro e o teto tem características petrográficas e mecânicas que fazem lembrar muitas vezes a 3.ª.

5.ª camada: Os bancos a nascente da 4.ª camada são pouco fossilíferos, e, quando têm fósseis, estes são maus, muitas vezes raros vestígios, porque, como já fisemos notar, tais bancos são fortemente convulsionados, dobrados, contorcidos, sofreram grandes acções tectónicas modificadoras, com sinais mais evidentes de tais fenómenos do que para W. de tal camada.

De maneira geral podemos afirmar que em todas as camadas se têm observado fósseis vegetais no muro e no teto, ainda que apenas vestígios, muito mal conservados, de troncos ou de folhas de várias espécies — muito frequentemente de *Cordaítes* — inclassificáveis.

* * *

Vamos agora citar dois casos muito simples de identificação de camadas e mencionar em generalidade alguns estratos índices que temos observado na Mina; com a ajuda destes já esclarecemos algumas dúvidas em casos também muito simples e que contamos dar a conhecer oportunamente.

1.º *Identificação de uma camada atingida num ponto isolado onde a sua existência não fora prevista:* Seguíamos com o avanço da Galeria 113 — 1.ª camada — 4.º Piso N; a direcção do avanço era normal; a certa altura, no ponto A da fig. 3, a camada começou a reduzir acentuadamente a possança; prosseguimos sempre sem perder o sinal da camada; no ponto B o teto da Galeria começou a mostrar um xisto escuro com fósseis vegetais que nos pareceram do muro da 2.ª camada; fizemos parar o trabalho no referido ponto.

Como estávamos a avançar também com a Galeria 113-2.ª camada — ao mesmo nível

que a anterior — esperávamos que tal avanço prosseguisse; de facto, passadas semanas, atingimos o ponto B com a nossa Galeria da 2.ª camada, cujo muro era o teto da Galeria da 1.ª; em tal ponto a 1.ª e 2.ª camadas estão pràticamente ligadas (na realidade separadas por uma delgada intercalação xisto carbonosa); o recorte feito de B para C não atingiu qualquer possível ramificação da 1.ª camada; o avanço prosseguiu para D.

2.º *Travessa com um número elevado de bancos de carvão em que era preciso identificar um deles :* Na abertura da travessa de Santa Bárbara — o mais baixo nível actual da Mina — ao atingirmos o banco de carvão n.º 7 — fig. 2, iniciou-se uma Galeria para S., porque numa primeira inspecção do trabalho, por várias razões, demos demasiada importância ao conceito geométrico de correlação e nos pareceu que estávamos na 3.ª camada. Feitos poucos metros para S o teto mostrou nìtidamente características da 2.ª camada; o avanço foi parado; recomeçou a Travessa que a breve trecho cortou o banco n.º 8 que, sem dúvidas, nos revelou a 3.ª camada, onde logo iniciámos o reconhecimento; prosseguiu sempre o avanço da Travessa até atingirmos o teto do magnífico banco n.º 9 que é a 4.ª camada com todas as suas conhecidas características.

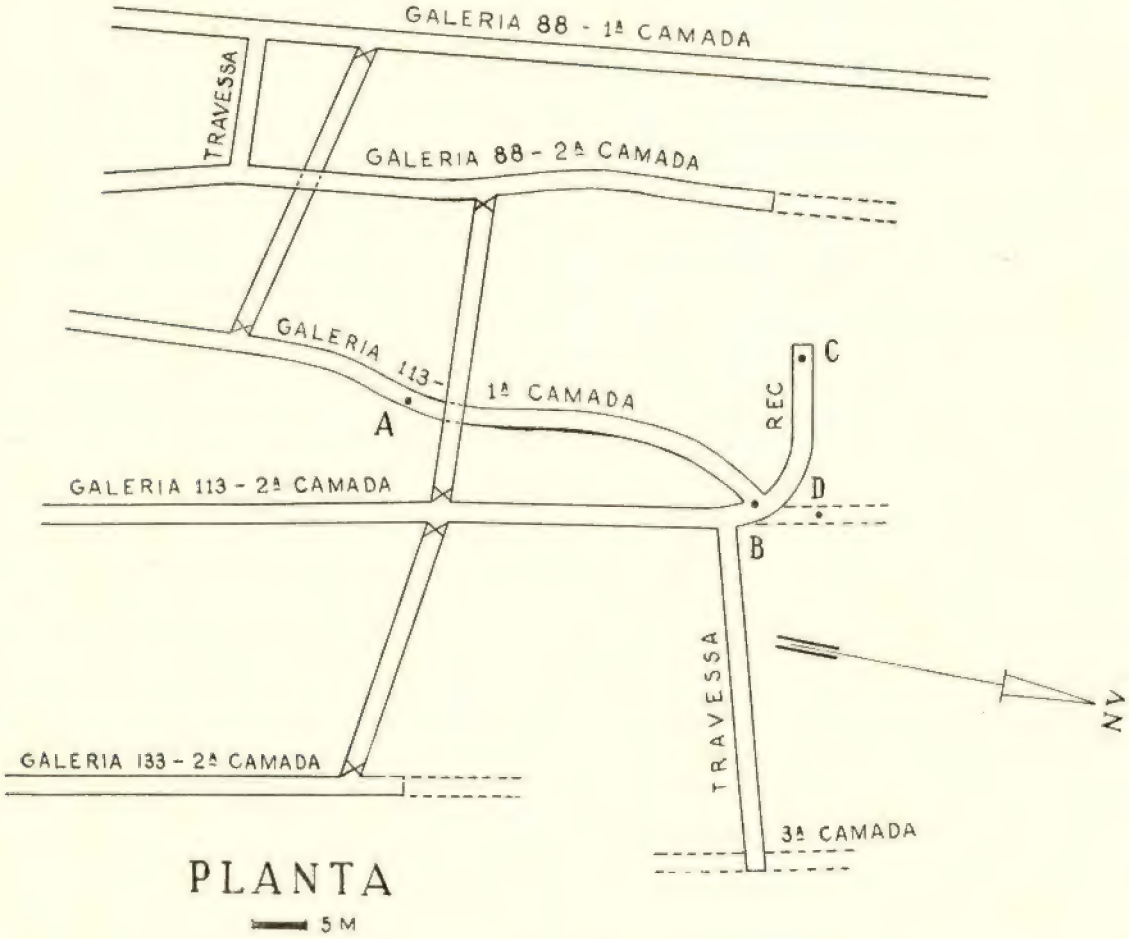


FIG. 3

Vejamos agora, sucintamente, os estratos índices a que já nos referimos:

1.º Uma série de estratos que serve em alguns pontos de teto directo à 2.ª camada e em outros de muro directo à 3.ª; petro-

gràficamente são constituídos por uma massa grèsosa, escura, com restos de vegetais, inclassificáveis, e contendo blocos de rocha porfirítica [1].

Esta formação é assinável desde o ponto extremo S. dos trabalhos que ao nível do 2.º piso procuram ligar a mina de S. Pedro da Cova com a do Passal de Baixo, até o extremo N., na Travessa n.º 7 do 4.º Piso-N. (S. Pedro da Cova), numa distância em direcção de cerca de 2.000 m.

Estes estratos índices chegam a atingir uma possança de cerca de 13 m, que em alguns pontos fica reduzida a escassos centímetros.

Fora do intervalo entre a 2.ª e a 3.ª camada nunca observamos esta interessante formação.

2.º Trata-se de uma série de estratos índices que tem sido por nós observada sem excepção em todos os trabalhos realizados e nalguns já antigos. A rocha predominante é o xisto argiloso-carbunoso, sem nada de especial no aspecto petrográfico. Contém, em relativamente grande abundância, *Calamites* de várias espécies, alguma de grandes dimensões, por vezes caules cilíndricos, ainda que muitos raros. Esta assentada acompanha sempre o muro da 4.ª camada, a certa distância. Constitui um verdadeiro *nível de Calamites* e mostra a grande dispersão delas por esta área da bacia

3.º Um banco de conglomerado-brecha que acompanha o teto quase imediato da 1.ª camada e a que já nos referimos.

Possìvelmente será ainda estrato índice um banco de conglomerados com caracteres de grande continuidade, o qual tem sido observado em vários níveis e em diversos perfis, situado a E. da 4.ª camada.

São estes os índices mais importantes que se nos têm revelado na Mina.

De entre as camadas, só poderíamos considerar verdadeiramente *camada índice* talvez a 2.ª pela natureza do seu carvão, e pelo particular aspecto do seu teto, como já evidenciamos.

Todas as outras, se é certo que apresentam zonas absolutamente características, não conservam tal aspecto contìnuamente, e em certas áreas são por vezes idênticas umas às outras.

Minas de S. Pedro da Cova, 27 de Março de 1946.

BIBLIOGRAFIA GERAL

O Paleozoico Português — Carrington da Costa — 1931.

O Antracolítico Continental Português — Carlos Teixeira — 1944.

Geolo y of Coal — Otto Stutzer-Noé — 1940.

Geology in Service of Man — Fearnsides and Bulman — 1944.

---

[1] Cf. Carlos Teixeira e Neftali Fonseca — Formações eruptivas relacionadas com o Estefaniano de S. Pedro da Cova — Anais da F. de C. do Porto, tomo, XXX — 1945.

Laboratório portátil especialmente para uso de mineralogistas, adaptado às técnicas da micro-análise

POR ISABEL MARIA MELEÇAS GAGO
(Eng.ª Químico-Industrial I. S T. e Assistente do I. S. T.)

(Conclusão)

C. D 622 1:549

IV — OBSERVAÇÕES E DADOS DE ORDEM PRÁTICA

Nas notas que adiante se seguem para o reconhecimento dos elementos nos minérios e minerais, vão indicadas várias técnicas [1] todas baseadas nos métodos aqui descritos e cuja aplicação se fará conforme os casos.

Não se seguiu qualquer pesquisa ordenada, isto é, qualquer ideia de sistematização; as pesquisas neste campo têm por especial objectivo, ou confirmar hipóteses, ou decidir os casos indecisos, e nesses casos procurar os principais constituintes dum mineral, os únicos que geralmente interessam; e ainda caracterizar impurezas que possam interferir no seu posterior tratamento. De resto os caracteres macroscópicos: cor, brilho, risca, faces de clivagem, sistema de cristalização fornecem por si só indicativo muitas vezes suficiente da possível espécie à qual o exemplar pertence; uma única reacção se emprega como distintivo característico do grupo: a caracterização dos sulfuretos.

A escolha da técnica a seguir para um reconhecimento está condicionada pela facilidade de ataque, estado de agregação do mineral, associação, pureza, etc.; pelo interesse na conservação da amostra e até pela simpatia do operador por este ou aquele método.

Podem seguir-se outras técnicas e outros métodos tantas são já as reacções conhecidas para cada elemento.

Aquelas aqui apontadas foram escolhidas de acordo com os princípios de simplicidade, rapidez, eficiência e mínimo de reagentes a empregar; entre estes procurou-se em especial escolher alguns que permitissem caracterizar mais de um elemento, para não sobrecarregar o laboratório.

Sempre que foi possível escolheram-se reacções sobre papel, porque estes são muito fáceis de transportar além de muito cómodos e vantajosos na sua utilização.

A) Cuidados a observar durante o trabalho

Para se conseguirem bons resultados é necessário atender os seguintes pontos essenciais:

1) Todo o material deve estar rigorosamente limpo: — De vez em quando desengordurar o material de vidro e porcelana com mistura cromo-sulfúrica ou vapores nitrosos (álcool e ácido azótico).
   Lavar em seguida com água e enxugar a um trapo limpo
2) Antes de se fazer a reacção sobre a placa, convém limpar o «godet» com um pedaço de algodão hidrófilo embebido no reagente que se vai utilizar.
3) Antes de se proceder a um ataque por contacto, escovar a amostra com um pincel para sacudir a terra, lavar seguidamente com água se necessário; passar por último com um algodão hidrófilo embebido em álcool.
   Utilizar de preferência faces recentes.
4) *N. B.* Ao utilizar o almofariz de Abich, certificar-se de que estava completamente livre do pó da amostra anterior; raspar com um estilete e escovar em seguida com um pincel; «lavar» o almofariz com a própria substância a

[1] Algumas destas técnicas encontram-se descritas no livro de F. Feigl (loc. cit.) outras constituem uma adaptação ao caso dos minerais, de reacções já estudadas.

analisar, isto é triturar uma pequena quantidade da amostra e deitá-la fora, aproveitar para o ensaio, sòmente uma nova quantidade.

Ao trabalhar no campo:

5) Instalar o laboratório de preferência perto de água (necessária à lavagem do material).
6) Colocar o laboratório contra o vento de modo que a chama da lamparina e os vapores ácidos, não sejam arrastados para dentro dele.
7) Conservar sempre fechadas as portas das divisórias para evitar as poeiras.
8) Antes de fechar o laboratório limpá-lo das poeiras que tenham entrado.

B) «Técnicas» para o reconhecimento dalguns elementos nos minerais (1)

ALUMÍNIO

I — *Método de pesquisa* — Dissolução, seguida de reacção.

Reagentes
- Papel de quinalizarina ou
- N.º 20 — Quinalizarina (Solução diluída em OHNa ~ N recentemente feita)
- N.º 30 — OHAm ~ 3 N
- N.º 31 — Ácido acético ~ 2 N.

Condições — Meio amoniacal.

Técnica — 1) Fundir alguns mg de minério com CO_3Na K em cadinho (ou colher) de platina.

Dissolver com gotas de ClH concentrada em vidro de relógio.

2) Evaporar o ácido quase à secura; juntar 1 ou 2 gotas de água e encher uma pipeta capilar com o líquido sobrenadante.

Aplicar a pipeta sobre o papel de quinalizarina.

3) Expor aos vapores de amoníaco (ou juntar 1 gota de OHAm) com pipeta capilar.
4) Expor aos vapores de ácido acético (ou juntar 1 gota de ácido).

Em presença de Al, aparece *mancha rosada* (o reagente toma cor amarelo-rosada).

Ou doutro modo:

1) Fundir o minério com OHNa (cadinho de prata); dissolver com gotas de água a quente.
2) Tirar uma gota do líquido sobrenadante; coloca-la sobre papel Whatmann (ou no «godet» da placa de porcelana); expor aos vapores de amoníaco (ou juntar 1 gota de amónia).
3) Adicionar 1 gota de quinalizarina (solução em OHNa diluída).
4) Juntar 1 gota de ácido acético; em presença de Al aparece *cor rosada*, que contrasta com a cor do reagente em meio ácido.

Sensibilidade da reacção — 0,005 γ de Al; 1/2.000.000

II — *Método de pesquisa* - Electrografia.

Reagentes — Os mesmos do que anteriormente.
Electrólitos — Papéis de ClK e de quinalizarina.

Técnica — 1) No dispositivo de electrólise colocar o papel de ClK e de quinalizarina e o minério. Deixar passar a corrente ~ 5 minutos.

2) Expor o papel aos vapores de àmoníaco e juntar gotas de ácido acético.

Em presença do alumínio aparece *cor rosada*.

ANTIMÓNIO

I — *Método de pesquisa* — Ataque seguido de reacção.

Reagentes
- N.º 4 — Rodamina B
- N.º 34 — NO_3H conc.
- N.º 33 — ClH conc.

Condições — Meio fortemente clorídrico.

Antimónio ao máximo (oxidar com NO_2K ou com NO_3H, se for preciso).

Ataque — Para grandes quantidades, contacto ácido sobre papel — Pequenas quantidades — dissolver com ácido.

Técnica — 1) Sobre papel lançar uma gota de NO_3H conc. e apertar de encontro ao min.º (ver pág. 797) ~ 2 min. (ou dissolver se preciso).

2) Juntar 1 gota de ClH conc. e aquecer levemente sobre lâmina de vidro até eliminar todo NO_3H.
3) Deixar esfriar e deitar 1 gota de rodamina.

Nos pontos em que o m.º foi atacado aparece cor *violácea*.

Sensibilidade da reacção — 0,5 γ Sb; 1/100.000 — Na presença de 12.500 partes de Sn

Interferências — Hg, Au, Cl_2Tl, Cl(BiO)
Molibdatos, tungstatos.

(1) A «sensibilidade» das reacções é aqui representada, segundo a notação de F. Feigl, pelos valores: limite de identificação e limite de diluição.

I — *Método de pesquisa* — Electrografia

Reagentes — Os mesmos do que anteriormente.
Electrólitos — Papeis de ClK e rodamina B.
Condições — Ver método anterior.

Técnica — 1) Colocar no dispositivo de electrolise: papel de ClK, e papel de rodamina ao qual se junta uma gota de ClH conc. e um pedaço de min.º (*não pulverizado*).
2) Deixar passar corrente durante 5 min.
3) Colocar o papel de rodamina sobre lâmina de vidro; juntar mais 1 gota de ClH conc., 1 grão de NO_2K e agitar e aquecer levemente até libertar todo NO_2. Deixar esfriar.
4) Juntar 1 gota do reagente — Na presença de *Sb* aparece *cor violácea*.

ARSÉNIO

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção sobre papel.

Reagentes — { Papel de Cl_2Sn (Solução de Cl_2Sn em ClH) N.º 33 ClH conc.

Condições — Meio fortemente clorídrico; ausência de No_3H (e outros oxidantes).

Técnica — 1) Dissolver alguns mg de min.º com ácido ClH ou SO_4H_2.
2) Juntar uma gota de ClH; encher uma pipeta capilar c/ o líquido e aplicá-lo ao papel de Cl_2Sn recentemente feito (embeber papel na solução de Cl_2Sn). Aquecer este levemente.
Em presença de As aparece *mancha acastanhada ou precipitado negro*.

II — *Método de pesquisa* — Electrográfica

Electrólitos — ClK, Cl_2Sn ou SZn (papéis de).

Técnica — 1) No dispositivo de electrólise colocar os papéis de ClK e SZn (1) e um pedaço de min.º.
Deixar passar a corrente ~ 2 – 3 min.
Em presença de As forma-se *mancha amarela*.
2) Com o papel de Cl_2Sn (em meio ClH forma-se *mancha de cor castanha* mais ou menos carregada.
Aquecer o papel levemente para acelerar a redução.

BERÍLIO

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção

Reagentes — Quinalizarina (0,05 % em OHNa 0,1 N) (recentemente feita).
Condições — Meio alcalino

(1) O papel de SZn só é aconselhável na ausência de Cu^{++} Ag^{+}, Hg^{++}, Bi^{+++}, Cd^{++} Au^{+++}, Pt^{++}, Sb^{+++} ou Sb^{+++}, Pb^{++}.

Técnica — 1) Fundir alguns mg de min.º com OHNa (1) (isenta de CO_3) em cadinho de prata.
Dissolver em água (~ 1/2 ml e do líquido sobrenadante tirar com uma pipeta capilar, 1 gota para o godet da placa de porcelana.
2) Juntar uma gota da solução de quinalizarina.
Em presença de Be aparece uma coloração ou pp. azul claro vivo (análogo ao de Mg).

Notas — *a*) O reagente em presença da OHNa é azul violeta com pequenas quantidades de Be é conveniente fazer ensaio em branco.

b) Quando haja grande quantidade de Al presente o líquido toma um tom rosado; no entanto a cor azul do Be, quando em quantidades apreciáveis é ainda visível.

Sensibilidade da reacção { 0,14 γ Be / 1/353.000

II — *Método de pesquisa* — Electrografia
Electrólitos — ClK, ClH conc.

Reagentes { Quinalizarina (sol. em OHNa ~ 2N) / OHA ~ 3N

Técnica — 1) Colocar no dispositivo de electrolise o papel de ClK, num papel com 1 gota de ClH conc. ou SO_4 H_2 2N e o mineral.
Deixar passar a corrente ~ 5 min.
2) Mergulhar o papel que esteve em contacto com o minério em OHAm ~ 3N (para neutralizar o ácido).
3) Colocar o papel sobre uma lâmina de vidro e juntar 1 gota do reagente (preparado nessa altura).
Em presença de Be o papel aparece *azul claro* nos pontos onde o minério foi atacado.

BORO

I — *Método de Pesquisa* — Ataque seguido de reacção.

Reagente { Papel de Curcuma / OHNa ~ 0,25N

Condições — Meio alcalino.

Técnica — 1) Fundir alguns mg de minério com OHNa (em cadinho de prata). Deixar esfriar e dissolver em água.
2) Deixar repousar e do líquido sobrenadante tirar uma gota para um vidro de relógio; acidificar com ClH.
3) Encher uma pipeta capilar com este líquido e colocar uma gota sobre papel de curcuma.
Em presença de $Bo_3^{=}$ aparece uma mancha *vermelho acastanhada* (Fe, Mo, Pi, Cb, Ta, Zn, Sb dão esta reacção).

(1) Deste modo faz-se a separação de Mg o qual também reage om a quinalizarina dando a mesma cor. Ver pesquisa de magnésio.

Juntar uma gota de OHNa dil. A mancha deve tomar um tom *azul para verde escuro* (dif. com as interferências).

Sensibilidade da reacção { 0,02 γ B.
1/2.500·000.

CHUMBO

I — *Métodos de pesquisa* — Electrografia [1].

Reagentes — Papel de NO_3Am ou ClK e de SZn ou CrO_4Ba (Electrólitos).

Técnica — 1) Colocar sobre os papéis humedecidos, um pequeno pedaço de minério e ligar a corrente, durante 1 a 2 minutos.

2) Nos pontos em que o minério foi «atacado» aparece em presença de Pb:

Com SZn — *mancha acastanhada ou negra.*

Com CrO_4Ba — *amarelo claro.*

II — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção.

Reagentes {
N.º 3 Benzidina
N.º 10 Água de Bromo
N.º 30 OHAm 1:1
N.º 33 OHNa ~ 2N
ClH conc.

Condições — Meio amoniacal.

Técnica — 1) Colocar sobre papel 1 gota de ClH conc. aquecido e apertar de encontro ao minério (ou dissolver em ClH conc. em cada se preciso).

2) Tratar alternadamente o papel com gotas de OHNa 2N e água de Bromo, por meio de pipetas capilares (3 vezes).

3) Mergulhar o papel em OHAm 1:1 até todo *Br ser destruído;* aquecer levemente o papel até não cheirar à OHAm.

4) Juntar 1 gota de Benzidina.

Em presença de Pb aparece *cor azulada* que se desvanece fàcilmente com pequenas quantidades de Pb.

Interferências — *Mn*, Ce, Bi, Tl, Ag, Au, Cu e oxidantes ($CrO_4^{=}$, ferri e ferrocianetos, etc.

Notas — *a*) Com os minérios sulfurados é preferível empregar ClH a NO_3H para que se não forme SO_4Pb.

Depois de dissolvido o minério, tirar uma gota do líquido *quente* com uma pipeta capilar e colocá-la sobre papel.

Proceder então como em (2), etc.

b) Quando se suspeite a presença de Mn e Cu, proceder do seguinte modo:

Depois de dissolver o minério em ClH conc., neutralizar o líquido com OHNa e juntar grande excesso de OHNa [1].

Do líquido sobrenadante tirar uma gota e proceder como em (2).

COBALTO

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção

Reagentes {
N.º 5 — Tiocianeto de mercúrio
N.º 18 — Fluoreto de sódio
N.º 33 — ClH conc.
— Solução dil. de Cl_2Zn (a 0,5 %)

Condições — Ausência de NO_3H.

Técnica — 1) Dissolver (ou fundir se necessário) alguns mg de minério com ácido.

Se se empregar NO_3H, eliminá-lo completamente, levando à secura com gotas de ClH conc.

2) Retomar com 2 gotas de água; do líquido sobrenadante, tirar com uma pipeta, uma gota para o godet da placa.

Eliminação da interferência do Fe+++ {

3) Juntar um pouco de FNa sólido e agitar com uma vareta; adicionar 1 ou 2 gotas de reagente n.º 5 e 1 gota de Cl_2Zn. Agitar durante ~ 2 min. com a vareta.

Em presença do cobalto aparece *cor azul* ou *pp. cristalino azul.*

Sensibilidade da reacção { 0,06 γ Co++
1/1.000.000

Interferências — A reacção pode considerar-se específica se bem que alguns outros iões também reajam com o tiocianeto [2]; porém dão colorações diferentes.

Os iões fortemente corados e em grande quantidade mascaram a reacção devido à própria coloração.

II — *Método de pesquisa* — Electrografia.

Reagentes — Os mesmos do que anteriormente.

Electrólitos — Papéis de ClK e tiocianeto de mercúrio + + FNa.

Técnica — 1) No dispositivo de electrólise colocar o papel (ou algodão) de ClK humedecido, e papel impregnado de tiocianeto de mercúrio sobre o qual se estende pequena camada de FNa sólido; colocar sobre este o mineral (não pulverizado) e deixar passar a corrente ~ 2-5 minutos.

2) Retirar o 2.º papel, adicionar-lhe 1 gota de ClHconc. + 1 gota do reagente e

(1) O papel de SZn só é aconselhável na ausência de certos elementos: ver arsénio.

(1) Em presença de cobalto e excesso não deve ser tão grande que dissolva o $(OH)_2Co$.

(2) — *a*) Se existirem grandes quantidades de cobalto (o que se reconhece pela côr da solução) a reacção dá-se mesmo sem se juntar Zu^{++}.

b) Se com quantidades moderadas de cobalto, aparecer imediatamente coloração azul, mesmo sem adicionar Zu^{++}, deve suspeitar-se da presença de Zu^{++} na solução.

1 gota da solução de Zn^{++}; agitar com uma vareta. Ao fim de algum tempo (2 a 10 minutos) as fibras do papel tomam *coloração azul* mais ou menos acentuada.

COBRE

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção.

Reagentes — { Papel de $FeCy_6Zn_2$; NO_3H conc.; ClH conc.

Condições — Meio clorídrico.

Técnica — 1) Atacar alguns milig. de minério finamente pulverizado, com NO_3H conc. ($\sim$ 1/2 ml).

— Em presença de quantidades apreciáveis de Cu aparece côr verde azulada.

2) Evaporar o excesso de NO_3H e juntar 1 gota de ClH conc., evaporar um pouco o excesso de ácido e encher 1 pipeta capilar com esta solução.

3) Ensaiar sobre papel $FeCy_6Zn_2$.

Em presença de Cu obtém-se um pp. *castanho avermelhado* junto ao bico da pipeta, rodeado geralmente por uma auréola azul devida ao ferro.

Em presença de grandes quantidades de ferro lavar a mancha azul com uma pipeta capilar cheia de água. O azul é arrastado para a periferia deixando a descoberto a mancha castanho-avermelhada de Cu.

Interferências (1) — Urânio.

4) Neste caso lavar a mancha com uma pipeta capilar com OHAm. Se a mancha castanho-avermelhada for de Cu, passará a azul (notar então que a mancha azul passa a castanho).

Em presença de urânio a mancha castanha passa a amarelo.

II — *Método de pesquisa* — Electrografia.

Electrólitos — Papéis de SO_4K_2 e $FeCy_6Zn_2$.

Técnica — 1) No dispositivo de electrólise colocar os 2 papéis electrólitos humedecidos com água e em seguida o minério.

Deixar passar a corrente 1/2 a 2 min.

Em presença de cobre aparece sobre papel mancha *castanho avermelhada* de ferrocianêto de cobre, às vezes rodeada ou misturada com a cor do azul do ferro.

CRÓMIO

I — *Método de pesquisa* — Fusão seguida de reacção.

Reagentes { N.º Difenilcarbazida; SO_4H_2 1:1

Condições — Meio sulfúrico (ou clorídrico).

Técnica — 1) Fundir alguns mg de minério com 4 vezes a mesma quantidade duma mistura em partes iguais de O_2Na_2 e CO_3KNa (ou mesmo só O_2Na_2).

2) Dissolver com gotas de SO_4H_2 1:1.

3) Colocar na placa uma gota da solução anterior e uma gota de difenilcarbazida.

Em presença de Cr, forma-se cor *vermelho de cravo*.

Nota — Quando se suspeita da presença de molibdatos juntar ácido oxálico antes do reagente.

Sensibilidade da reacção { 0,8 γ Cr; 1/625.000

Interferências — Hg, Molibdatos, Vanadatos.

ESTANHO

I — *Método de pesquisa* — Fusão seguida de reacção sobre papel

Reagentes — Papel de cacotelina (feito na ocasião).

Condições — Meio ácido (ClH).

Técnica — 1) Alguns mg. fundidos com CyK + + CO_3NaK.

Deixar esfriar e dissolver em ClH conc.; aquecer.

2) Impregnar um papel com cacotelina; antes deste secar completamente, aplicar uma pipeta capilar com o soluto anterior.

Na presença de *Sn* forma-se mancha de *cor violácea* que tende a espraiarse.

Interferências — Redutores ($S^{=}$, $S_2O_3^{=}$, Sb^{+++}, Fe^{++} quando em presença de F^{-} ou $S_2O_3^{=}$)

Sensibilidade da reacção { 0,2 γ Sn; 1/250.000

Nota — Em presença de Sb e As é preferível calcinar primeiro o minério.

FERRO

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção

Reagentes { Papel de $FeCy_6Zn_2$; ClH conc.

Condições — Meio clorídrico.

Técnica — 1) Dissolver (1) o minério e encher uma pipeta capilar com o líquido resultante da dissolução.

2) Sobre uma lâmina de vidro, colocar um papel de $FeCy_6Zn_2$ e apoiar sobre ele a pipeta capilar.

---

(1) Sobre o papel de $FeCy_6Zn_2$ a sensibilidade da reacção do urânio é muito pequena; apenas se forma ténue coloração castanho avermelhada.

Grandes quantidades de cu dão mancha verde.

(1) O processo de ataque depende do minério. Para aqueles muito fàcilmente solúveis basta o contacto ácido sobre papel (processo «sandwich»).

Quando o minério é diferentemente atacável convém pulverizar e dissolver em cadinho de porcelana com ácidos ou fundentes se necessário.

Em presença de Fe forma-se *mancha intensamente azul* (conforme a concentração em Fe^{+++}) que tende a espraiar-se.

II — *Método de pesquisa* — Electrografia

Electrólitos — Papéis de SO_4K_2 e $FeCy_6Zn_2$.

Técnica — 1) No dispositivo de electrólise colocar os papéis humedecidos com água, em seguida um pedaço de minério.

Nos pontos em que o minério foi atacado formam-se *manchas azuis*.

FOSFATOS

I — *Método de pesquisa* — Reacção sobre o mineral

Reagentes
- N.º 3 — Benzidina
- N.º 2 — Molibdato de Am.º
- N.º 13 — Tartarato de amónio (2) (para impedir a reacção de $SiO_3^{=}$)
- N.º 28 — Acetato de sódio

Condições — Reagente aquecido; meio azótico.

Técnica — 1) Colocar sobre o papel 1 gota de NO_3H conc., aquecer o papel sobre vidro de relógio e apertar de encontro ao minério pulverizado (de preferência) durante alguns minutos.

2) Juntar uma gota de reagente n.º 2 em solução tartárica (conc.) aquecido.

Em presença de grandes quantidades de $PO_4^{=}$ o papel fica *amarelo;* é o suficiente para o reconhecimento.

Caso contrário juntar 1 gota de benzidina e em seguida gotas de acetato de sódio.

Nos pontos correspondentes ao ataque do minério o papel apresenta *manchas azuis*.

FLUORETOS

I — *Método de pesquisa* — Ataque seguido de reacção.

Reagentes
- N.º 3 Benzidina
- N.º 2 Molibdato de Am.º (solução azótica)
- N.º 28 Acetato de sódio
- N.º 17 Silica em pó
- N.º 5 SO_4H_2 conc.

Condições — *Ausência de água.*

Técnica — 1) Num cad. de Pt. colocar 1 mg de mineral, juntar 1 mg de SiO_2 (se o mineral a não contém ou a tem em pequena quantidade) e colocar sobre ele um vidro de relógio inferiormente parafinado contendo em suspensão 1 gota de água.

2) Em presença de grandes quantidades de F^- a gota *fica turva* o que *basta para reconhecimento.*

Quando houver pequenas quantidades: passar a gota para o «godet» da placa, arrastando-a com jacto de água; juntar 2 gotas de reagente n.º 2 e se aparecer *cor amarela* está caracterizado F^-; caso contrário juntar 2 gotas de benzidina e reagente n.º 28 até ao dobro do volume existente.

Em presença de F^- aparece *cor azul.*

MAGNÉSIO

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção.

Reagentes
- N.º 20 Quinalizarina (solução em OHNa, recentemente feita)
- OHNa ~ 0,1 N
- N.º Água de Bromo

Condições — Meio alcalino.

Técnica — 1) Fundir o minério com CO_3NaK e dissolver com gotas de ClH conc. Evaporar o ácido quase à secura.

2) Juntar 1 gota de água e desta solução tirar 1 gota para o «godet» da placa.

Juntar 2 gotas de reagente (a solução toma cor amarela devido ao ácido).

Deitar gota a gota OHNa 0,1N até a cor virar para violeta e juntar mais OHNa (cerca de metade do volume anterior).

3) Em presença de Mg forma-se coloração ou pp. *azul claro.*

O berílio dá a mesma reação; a distinção pode fazer-se do seguinte modo:

Na hipótese de estar presente apenas Mg ou Be

4) Juntar ao precipitado um pouco de água de bromo; se a cor se mantém é devida a Mg; se desaparece é devida a Be.

Na hipótese de estarem ambos presentes

5) Proceder como em (4) e em seguida: Repetir as reacções desde (2) juntando OHAm ~ 2N em vez de OHNa; em seguida juntar água de bromo.

Se a cor azul se mantiver é devida a Be.

Se desaparece é devida a Mg.

Sensibilidade da reacção — 0,25 γ Mg / 1/200.000

Interferências — Alumínio (só em quantidades muito grandes dando coloração rósea).

Be e terras raras.

(1) A mesma reacção se pode fazer, aquecendo o mineral e lançando sobre ele os reagentes; o minério fica azul depende do tempo de ataque.

Ou ainda: fazer uma ranhura no mineral e nela deitar uma gota de NO_3H conc; lavar o ácido para o godet da placa e fazer a reacção antèrior.

II — *Método de pesquisa* — Electrografia

Reagentes — Os mesmos que anteriormente

Electrólitos — ClK, ClH conc.

Técnica — 1) Colocar um pedaço de mineral ou pó sobre papel onde se tenha lançado 1 gota de ClH conc. Deixar passar a corrente 5 minutos.

2) Mergulhar em seguida o papel em OHNa ~ 2N e colocá-lo sobre lâmina de vidro.

Deitar sobre o papel 1 gota da solução de quinalizarina recentemente feita dissolvendo 1 cc de OHNa 2N.

3) Nos pontos correspondentes ao ataque do mineral formam-se manchas ou *grânulos azuis* que caracterizam Mg.

(O reagente difunde-se pelo papel num tom violáceo para azulado perfeitamente distinto da cor de Mg.

Nota — *O ferro não interfere* — Quando há compostos de ferro que tenham sido dissolvidos pelo contacto com ClH conc, depois de se introduzir o papel em OHNa, forma-se $(OH)_3Fe$ acastanhado que não interfere com a pesquisa de Mg.

MAGNESITE E DOLOMITE

Diferenciação

I — *Método de pesquisa* — Reacção sobre o mineral.

Reagentes { N.º 7 Difenilcarbazida
OHNa ~ 0,1N

Condições — Meio alcalino.

Técnica — 1) Colocar 1 mg. de minério finamente pulverizado, num tubo de centrifugação.

Juntar 1 gota de OHNa 0,1N e 1 gota de reagente n.º 7; aquecer levemente.

2) Ao fim de 5 minutos esgotar o líquido com uma pipeta capilar e substituí-lo por água quente. Lavar o pó por este processo até que as águas de lavagem sejam incolores.

3) Observar agora o minério.

No caso de se apresentar fortemente corado-(*rosado*) trata-se de magnesite.

Caso contrário trata-se de dolomite ou material estranho.

Confirmação de Dolomite 4) Sobre uma lâmina de Pt, aquecer ao rubro alguns mg. do minério (a fim de destruir o carbonato complexo).

Repetir a reacção anterior; se agora der positivo o mineral é dolomite.

MANGANÊS

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção.

Reagentes { N.º 11 Solução saturada de NO_3Ag
N.º 30 OHAm ~ 3N

Condições — Meio amoniacal; ausência de *halogeneos*.

Técnica — 1) Dissolver alguns mg. de minério em ClH ou NO_3H conc. (conforme os casos. Cadinho ou porcelana).

Quando se empregar ClH: evaporar o ácido à secura, retomar por gotas de NO_3H conc. (1 gota de cada vez) até eliminar todo Cl^-.

2) Dissolver com 2 gotas de água; encher 1 pipeta capilar com o líquido sobrenadante e colocar 1 gota sobre papel Whatman.

3) Juntar 1 gota de OHAm ~ 3N e 1 gota de soluto amoniacal de NO_3Ag. Aquecer levemente.

Em presença de Mn forma-se coloração castanha ou pp. negro.

Interferências — Hidróxidos corados (por mascararem a cor).

Halogéneos; cromatos.

Sensibilidade de reacção { 0,05 γ Mn++
1/1·000.00

2.º processo

Reagentes { Soluções de NO_3Ag a 01 °/₀
Persulfato de amónio sólido
Ácido sulfúrico conc.

Condições — Ausência de halogéneos.

Tecnica — 1) Proceder como na alínea 1) da técnica anterior.

2) Do líquido sobrenadante tirar 1 gota com uma pipeta capilar e colocá-la um cadinho de porcelana. Juntar 1 gota de SO_4H_2 conc. e 1 gota de soluto de NO_3Ag e alguns miligramas de persulfato sólido, agitar e aquecer levemente.

Em presença de manganês forma-se *coloração rósea-violácea* devido ao anião MnO_4.

Sensibilidade da reacção { 0,1 γ Mn++
1/500.000

Interferências — Aniões que reajam com Ag+. Iões fortemente corados (por mascararem a cor).

Em presença de $CrO_4^=$ pode proceder-se do seguinte modo:

Partindo do líquido neutro ou acético, pp. $CrO_4^=$ com Ag+ (num tubo de centrifugação). Do líquido sobrenadante tirar uma gota da solução e proceder como em (2), etc.

MOLIBDÉNIO

A) Aplicação dos compostos de Mo que por ataque não formam molibdatos:

Método de pesquisa — Dissolução seguida de reacção.

Reagentes { N.º 33 — ClH conc.
N.º 15 — Tocianeto de amónio
N.º 14 — Tiosulfato de sódio

Condições — Mo no estado trivalente (preferência Cl_3Mo)

Técnica — 1) Dissolver (1) o minério em ClH conc.; evaporar um pouco o excesso do ácido.

2) Passar para a placa uma gota da solução; juntar uma gota duma solução conc. de $S_2O_3^{=}$ e imediatamente (2) a seguir uma gota de solução SC_yAm; agitar com uma vareta.

Na presença de Mo, aparece *coloração carmezim ou cor de flor de olaia.*

Interferências — Os tungstatos interferem quando da redução por $S_2O_3^{=}$ dando cor azul (ver W) juntar tartarato para impedir a reacção.

2) Deve juntar-se ràpidamente o SCy^{-} a seguir ao $S_2O_3^{=}$ porque este leva fàcilmente a redução aos óxidos castanhos de Mo.

Se existir muito Mo, diluir a solução porque se torna impossível evitar a formação dos óxidos.

B) Aplicação aos compostos de molibdénio no estado de molibdatos.

Método de pesquisa — Dissolução (com NO_3H) seguida de reacção sobre papel ou sobre placa

Reagentes { Papel de xantogenato de cádmio.
ClH ~ 2N

Condições — Meio neutro ou levemente ácido (clorídrico).

Técnica — 1) Atacar o minério pulverizado ou não (conforme os casos, com NO_3H conc.) Alguns mg em cadinho de porcelana.

2) Evaporar o excesso do ácido; juntar uma gota de OH_2. Encher uma pipeta capilar com a solução e aplicá-la sobre o papel de xantogenato de cádmio. Expor aos vapores de amoníaco para neutralizar o excesso do ácido.

3) Juntar 1 ou 2 gotas de ClH ~ 2N.

Em presença dos *molibdatos* aparece ao fim de um minuto *cor rosada* que se vai acentuando progressivamente.

Nota — Também se pode fazer a reacção sobre placa e juntar xantogenato de potássio sólido. Em presença de grandes quantidades de molibdato formam-se gotas oleosas negras sobrenadando o líquido.

NIQUEL

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção.

Reagentes { N.º 36 Dimetiglióxima (solução alcoólica a 1 %)
N.º 30 OHAm ~ 3N

Condições — Meio neutro amoniacal ou acético; ausência de oxidantes enérgicos (NO_3H).

Técnica — 1) Fundir ou dissolver em ácido alguns mg. de minério. Se se empregar NO_3H, eliminá-lo evaporando com gotas de ClH conc. (1 de cada vez).

2) Impregnar papel Watman numa solução levemente aquecida, de reagente n.º 36 e deixar secar.

3) Evaporar o ácido (do ataque) à secura e retomar por água.

Encher uma pipeta capilar com o líquido sobrenadante e aplicá-la sobre papel primitivamente preparado.

Expor aos vapores de amoníaco ou juntar 1 gota de amónia.

Em presença de Ni aparece *cor vermelho-rosada.*

Sensibilidade da reacção { 0,015 γ Ni
1/3.300.000

Interferências — Alguns iões interferem:

Fe++ dando coloração análoga ao Ni (sem interesse no caso dos minérios).

Co++ e Fe+++ conjuntamente dão precipitado ou coloração vermelho-acastanhado que mascaram Ni.

Em presença de *grande quantidade Co e Fe* pode proceder-se do seguinte modo:

Num tubo de centrifugação deitar ~ 1/2 da solução e juntar OHAn para precipitar Fe e Co (parcialmente), do líquido sobrenadante tirar 1 gota com pipeta capilar e aplicá-la sobre o papel dimetilglióxima. Deixar secar; mesmo com pequenas quantidades de Ni aparece *mancha rosada* contrastando com a cor acastanhada devida ao cobalto.

Se a reacção for feita na placa, ao fim de algum tempo, observa-se ligeiro precipitado *rosado* sobrenadando o líquido acastanhadado.

II — *Método de pesquisa* — Electrografia.

Electrólitos — Papéis de ClK e dimetilglióxima.

Técnica — 1) No dispositivo de electrólise colocar papel de ClK (humedecido) e papel embebido em dimetilglióxima o qual se humedece com OHAn ~ 3N. Sobre este colocar um fragmento de minério e deixar passar a corrente ~ 2 minutos.

1) Em presença de Ni forma-se sobre o papel *manchas vermelho-rosadas;* a par destas podem notar-se manchas vermelho-acastanhadas devido a cobalto e ferro.

SILICATOS

Método de pesquiza — Ataque e reacção

Reagentes { N.º 3 — Benzidina
N.º 2 — Molibdato de amónio
N.º 28 — Acetato de sódio
N.º 18 — Fluoreto de Na
N.º 35 — SO_4H_2 conc.

Condições — Ausência de água

Técnica — 1) Num cadinho de platina 1 mg. de minério; juntar ~ 1 mg. de FNa e 1/2 ml de SO_4H_2 conc.

Aquecer o cadinho tapado com um vidro de relógio parafinado inferiormente, contendo em suspensão 1 gota de água.

2) *Grandes quantidades* de SiO_2 dão a turvação da gota.

Pequenas quantidades: Passar a gota para o godet arrastando-a com água. Juntar gotas de molibdato de Am.º (se ficar amarelo é suficiente para o reconhecimento) e 1 gota de benzidina.

Em seguida reagente 28 até ao dobro do volume inicial.

Em presença de SiO_2 aparece *cor azul.*

SULFURETOS

Método de pesquisa — Acção directa do reagente sobre o minério

Reagentes - N.º 1 — Iodo-azoteto de sódio.

A) Grandes quantidades em substâncias não muito compactas.

Técnica — 1) Colocar sobre o minério 1 gota de reagente.

Em presença de $S^{=}$ desenvolvem-se imediatamente bolhas gasosas, visíveis à simples vista ou melhor à lupa; o reagente perde a cor amarela do iodo.

B) Pequenas quantidades — (ou substâncias muito compactas).

1) Pulverizar bem o minério e colocar no fundo dum tubo de centrifugação alguns grão de pó.

2) Juntar 1 gota de reagente e aquecer levemente.

Junto às paredes do tubo vê-se litarem-se bolhas gasosas que denunciam sulfuretos.

Interferências — Aniões selenídrico e telurídrico, o enxofre livre não dá esta reacção.

Sensibilidade da reacção { 0,03 γ $S^{=}$ / 1/100.000

TITÂNEO

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção

Reagentes { N.º 12 — Ácido cromotrópico (sólido) / N.º 35 — SO_4H_2 conc.

Condições — Ausência de NO_3H

Técnica — 1) Tratar alguns mg de minério pulverizado com 3 gotas de SO_4H_2 conc. e aquecer até fumos brancos.

2) Deixar esfriar e juntar grãos de ácido cromotrópico sólido.

Em presença de Ti forma-se *cor violeta.*

Interferências — A reacção é específica; apenas quando haja muito Fe^{+++} e $WO_4^{=}$ é preciso reduzi-los a sais osos (empregar Cl_2Sn em solução clorídrica).

Sensibilidade da reacção { 5 γ de TiO_2 / 1/10.000

II — *Método de pesquisa* — Electrografia

Electrólitos { Papel de ClK / Papel de ácido cromotrópico (em sol. de SO_4H_2 ~ 2 N)

Técnica — 1) Colocar no dispositivo de electrólise os papéis e dispor uma camada fina de minério grosseiramente pulverizado sobre eles.

Deixar passar a corrente 2—5 min.

2) Nos pontos correspondentes ao ataque do minério aparecem sobre o papel *manchas avermelhadas.*

Nota — Com minérios fàcilmente atacáveis, basta o processo «sandwich» — Obtém-se imediatamente manchas características.

TUNGSTÉNIO

I — *Método de Pesquisa* - Fusão seguida de reacção.

Reagentes { N.º 19 Cloreto estanoso / N.º 33 ClH conc. / N.º 15 Tiocianeto de Amónio

Condições — Meio fortemente clorídrico

Técnica — 1) Fundir alguns mg. de min. com O_2Na_2 (cadinho de prata).

2) Dissolver em ClH conc. Com uma pipeta capilar tirar 1 gota de líquido.

3) Sobre papel Whatman colocar 1 gota de ClH conc. seguida da gota do líquido a ensaiar.

Juntar agora 1 gota de Cl_2Sn. Em presença de WO_3 aparece *cor azul.*

Se existir Mo — 4) Juntar 1 gota de SCy^{-}. Em volta do do centro azul (tungsténio) aparece mancha *vermelho-alaranjada* (Mo). a qual desaparece com ClH conc

1) A reacção pode-se fazer doutro modo.

2) A solução obtida (ClH conc.) juntar gotas de Cl_2Sn (mesmo no cad.).

Em presença de quantidades apreciáveis de W aparece imediatamente *cor azul.*

URÂNIO

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção

Reagentes { Papel de $FeCy_6K$ (1)
Amónia ~ 3N

Condições — Solução neutra ou acética.

Técnica — 1) Fundir alguns mg. de min. com $CO_3KNa + O_2Na_2$.

2) Dissolver em ClH conc. e *evaporar à secura*.
(evaporar bem o ácido ou neutralizá-lo com OHAm e juntar 1 gota de ácido acético).

Quando há pouco Fe { 3) Deixar esfriar, juntar 1 gota de água, encher 1 pipeta capilar e aplicar sobre papel de $FeCy_6K$. Uma *mancha castanha* indica U (na ausência de Cu).

4) No caso de se ignorar se existe ou não Cu, (2) apoiar sobre a mancha uma pipeta capilar com OHAm.

No caso de Urânio a mancha passa a amarela.

No caso de Cobre a mancha passa a azul.

5) Quando houver muito Fe ou Cu precipitá-los, a quente com $CO_3^{=}$ e do líquido límpido tirar 1 gota, acidificá-la com ácido acético e proceder como em 3.

Sensibilidade da reacção { 0,92 γ U
1/54.000

ZINCO

I — *Método de pesquisa* — Dissolução seguida de reacção

Reagentes { N.º 5 — Tiocianeto de mercúrio
N.º 6 — Solução diluída do cobalto
N.º 18 — Floreto de sódio (sólido)
N.º 33 — ClH conc.

Condições — Meio fortemente clorídrico; ausência ou pequena concentração de NO_3H.

Técnica — 1) Colocar sobre papel Whantman 1 gota de ClH conc.; espalhar sobre este uma camada de minério fortemente pulverizada; apertar entre duas lâminas de vidro.

Deixar alguns minutos (2 — 5).

2) Sacudir o pó do papel o mais possível; fazer a reacção no verso do papel.

3) Colocar de novo o papel sobre lâmina de vidro, juntar alguns mg de FNa sólido e agitar com uma vareta até toda a cor amarelo-esverdeada (Fe^{+++}) desaparecer.

4) Juntar 1 gota da solução de cobalto e 1 gota da solução de tiocianeto.

Agitar com uma vareta durante 2 mintuos.

Ao fim de 2 — 10 minutos aparece *côr azul* que se acentua progressivamente.

Interferências — Reacção quase específica.

O cobalto em grandes quantidades interfere dando a mesma cor azul.

O cobre em presença do zinco dá precipitado de coloração azul-violeta (característica do zinco; sendo assim é desnecessário juntar a solução de cobalto).

Em presença de muito cobalto pode proceder-se do seguinte modo:

Num tubo de centrifugação deitar ~ 1/2 ml da solução e juntar OHNa em excesso (até dissolver todo $(OH)_2Zn$). Tirar 1 gota da solução límpida para o godet da «placa de gotas»; neutralizar com ClH conc. e juntar ClH em excesso; juntar então 1 gota reagente N.º 5 e depois 1 gota de reagente N.º 6; agitar com uma vareta, etc.

Sensibilidade da reacção { 0,03 γ Zn^{++}
1/300.000

II — *Método de pesquisa* — Electrografia

Reagentes — Os mesmos que anteriormente

Electrólitos — ClK, tiocianeto de mercúrio com FNa em solução (papéis de).

Técnica — 1) Embeber um papel com uma solução de tiocianeto de Hg; colocar sobre ele alguns mg de FNa sólido e agitar com 1 vareta até se dissolver, juntar 1 gota de ClH.

2) Estender sobre o papel uma camada de minério (sem ser finamente pulverizado).

3) Colocar o papel no dispositivo de electrólise e deixar passar a corrente 5 min.

4) Sacudir o pó e fazer a reacção no verso do papel.

Juntar ClH conc., se parece cor vermelha de $(SCy)_3Fe$ juntar mais FNa até tudo se dissolver.

5) Proceder com em (4) do processo anterior.

(1) Feito na ocasião.

(2) Dada pequena sensibilidade da reacção para o urânio, em ação às do cobre e ferro, quando houver pouco urânio é preferível roceder como na alínea (5).

QUADRO N.° 3

Pesquisa dos principais elementos nalguns minerais segundo os métodos e técnicas da micro-análise (1)

Minerais	Composição		Método de ataque	«Tomas» para a Análise	Tempo de Ataque	Reagente empregado	Nitidez da gota ou mancha coradas	Caracterização		OBSERVAÇÕES
	Qualitativa	Percentagem						Positiva	Negativa	
Antimonite	Sb	Sb = 56,43 %	Processo «sandwich» (contacto acido — NO_3H)	Alguns mg (camada de grão grosseiro)	~ 2 min	Rodamina B	Mancha muito nítida	Sb		
			Electrografia	»	~ 2 min	»	»	Sb		
	Pb	Pb n d.	Dissolução em ClH	Alguns mg		Benzidina	—	—	Pb	
	Zn	Zn — n.d.	Dissolução em ClH	»		Tiocianeto de mercúrio + FNa	Leve coloração	Zn		
	S=	S — n d.	Reagente sobre o minério	»	Instantaneo	Iodo + Azoteto de sódio	Fortemente positivo	S=		
Arsenopirite	As	As — n.d.	Electrografia	Pedaço n. pulv.	~ 3 min	Papel de SZn	Mancha nítida	As		
	Fe	Fe — n.d.	»	»	~ 1 min	Papel de Fe Cy_6 Zn_2	»	Fe		
	Sb	Sb — n.d.	Dissolução em NO_3H + ClH	Alguns mg.		Rodamina B	—		Sb	
	Zn	Zn — n.d.	»	»		Tiocianeto de mercúrio + FNa	—		Zn	
	S=	S — n.d.	Reagente sobre o minério	»	Instantaneo	Iodo + Azoteto de sódio	Fortemente positivo	S=		
Bauxite	Al	Al_2O_3 = 38,81 %	»	~ 1 mg		Quinalizarina + Ac.° Acético	Coloração intensa	Al		
	SiO_2	SiO_2 = 28,39 %	Ataque com FH (FNa + SO_4H_2)	Alguns mg		Reacção da gota de água + benzidina	»	SiO_2		
	Ti	Ti — n.d.	Ataque com SO_4H_2	»		Acido cromotrópico sólido	—		Ti	
	Fe	Fe — n.d.	Fusão com CO_3 Na K	»		Papel de Fe Cy_6 Zn_2	Mancha muito intensa	Fe		
Berilo	Be	Be = 13,0 %	Fusão com OH Na	»		Quinalizarina	Intensa coloração	Be		
			Electrografia	Camada de grão grosseiro		»	»	Be		
	Mg	Mg — n.d.	Fusão com OH Na (no mesmo ensaio anterior)	Alguns mg		»	—		Mg	
	Al	Al — n.d.	»	»		Quinalizarina + Ac.° Acético	Intensa coloração	Al		
	Mn	Mn — n.d.	»	»		Nitrato de prata Amoniacal	Tenue coloração	Vestig. Mn		
	Fe	Fe — n.d.	»	»		Papel de Fe Cy_6 Zn_2	Tenue coloração	Vestig. Fe		

(1) *a*) Neste quadro e nos seguintes, vão apenas mencionados os métodos de ataque e o principal reagente utilizado na caracterização, não sendo mencionados os processos de «separação» empregados (quando esta foi necessária), devendo entender-se que as pesquisas foram feitas segundo as técnicas atraz indicadas.
b) Cada resultado corresponde, na grande maioria dos casos, a várias pesquisas feitas ou sobre vários fragmentos da mesma amostra ou de amostras diversas.

QUADRO N.° 4

Minerais	Composição		Método de Ataque	«Tomas» para a Análise	Tempo de Ataque	Reagente empregado	Nitidez da gota ou mancha coradas	Caracterização		OBSERVAÇÕES
	Qualitativa	Percentagem						Positiva	Negativa	
Blenda	Zn	$SZn = 80{,}28\ \%$	Processo «sandwich» (contacto ácido — ClH conc.)	Alguns miligramas Pequena camada de grão grosseiro	~ 2 min	Tiocianeto de mercúrio + solução de cobalta	Mancha intensamente corada	Zn		
			Electrografia	Pequeno pedaço não pulverizado	~ 3 min	Papel de Tiocianeto de mercúrio + FNa (etc.)	»	Zn		
	Sb	$S_3Sb_2 = 3{,}88\ \%$	Contacto ácido (NO_3H)	Pedaço compacto	~ 3 min	Rodamina B	Coloração leve mas nítida	Sb		
	Pb	$S\ Pb — 3{,}88\ \%$	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 5 min	Papel de CrO_4Ba	—		Pb	
			Dissolução em ClH	Alguns miligramas	—	Benzidina	coloração acentuada	Pb		
	Fe	$Fe_2O_3 = 3{,}50\ \%$	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 3 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	Mancha muito nítida	Fe		
			Dissolução em ClH (no mesmo ensaio da pesquisa de Pb)			»	»	Fe		
	SiO_2	$SiO_2 = 8{,}29\ \%$	Ataque com FH ($FNa + SO_4H_2$)	Alguns mg.	—	Reacção da gota de água + Molibdato + benzidina	Intensa coloração	SiO_2		
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n. d.	Reagente sobre o minério	Minério compacto	Instantâneo	Iodo-Azoteto de sódio (aquecido)	Fortemente positivo	$S^{=}$		
Bornite	Cu	Cu — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 2 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	»	Cu		
	Fe	Fe — n.d.	»	»	~ 4 min	»			Fe	
			Dissolução em NO_3H	~ 1 mg		»	Fortemente positivo	Fe		
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n.d.	Reagente sobre o minério	Minério pulverizado ~ 1 mg	Instantâneo	Iodo-Azoteto de sódio (aquecido)	»	$S^{=}$		
Bornonite	Cu	Cu — n.d.	Electrografia	Camada de grão grosseiro	~ 5 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	—	—	Cu	
			Dissolução em $NO_3H + ClH$	Alguns mg		»	Regularmente positivo	Cu		
	Pb	Pb — n.d.	» (mesmo ataque anterior)	»		Benzidina	Intensa coloração	Pb		
	Sb	Sb — n.d.	»	»		Rodamina B	»	Sb		
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n.d.	Reagente sobre o minério (pulverizado)	»	Ao fim de ~ 1 min	Iodo-Azoteto de sódio (aquecido)	Fortemente positivo	$S^{=}$		

QUADRO N.° 5

Minerais	Composição		Método de Ataque	«Tomas» para a Análise	Tempo de Ataque	Reagente empregado	Nitidez da gota ou mancha coradas	Caracterização		OBSERVAÇÕES
	Qualitativa	Percentagem						Positiva	Negativa	
Calcopirite	Cu	Cu — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 2 min	Papel de Ferrocianeto de zinco	Regularmente positivo	Cu		
	Fe	Fe — n.d.	(No mesmo ensaio anterior)	»	»	»	Intensa coloração	Fe		
	Pb	Pb — n.d.	Electrografia	»	»	Papel de CrO_4K_2	»	Pb		
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n.d.	sobre o minério (pulverizado)	Alguns mg	Imediato	Iodo-Azoteto de sódio	Fortemente positivo	$S^{=}$		
Calcosina	Cu	Cu — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 1/2 min	Papel de Fe Cy_6Zn_2	Mancha intensamente corada	Cu		
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n.d.	Reagente sobre o minério (pulverizado)	Alguns mg	Instantâneo	Iodo-Azoteto de sódio	Fortemente positivo	$S^{=}$		
Cassiterite	Sn	Sn = 72,75 %	Fusão com CyK + CO_3NaK	~ 1 mg	—	Papel de Cacotelina	Mancha intensamente corada	Sn		
	Fe	Fe — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 4 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	»	Fe		
Covelina	Cu	Cu — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 1/2 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	Mancha intensamente corada	Cu		
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n.d.	Reagente sobre o minério (pulverizado)	Alguns mg	Instantâneo	Iodo-Azoteto de sódio	Fortemente positivo	$S^{=}$		
Cromite	Cr	Cr_2O_3 — 46,60 %	Fusão com $O_2Na_2.I$	~ 2 mg	—	Difenilcarbazida	Intensa coloração	$Cr(CrO_4^{=})$		
	Al	Al_2O_3 — 19,30 %	No mesmo ensaio anterior			Quinalizarina + Ácido acético	»	Al		
			Electrografia	Fina camada de grão grosseiro	~ 5 min	Papel de Quinalizarina	Mancha leve mas nítida	Al		
	Fe	FeO — 14,80 %	Electrografia	»	~ 5 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	—	—	Fe	
			Processo «sandwich» (ClH con.)	»	~ 1 min	»	Mancha intensamente corada	Fe		
	Mg	MgO — 7,65 %	Electrografia	»	~ 3 min	Papel de Quinalizarina	»	Mg		
	Mn	MnO — 2,41 %	Não pesquisado	—	—	—	—	—	—	
	Ca	CaO — 1,75 %	Não pesquisado	—	—	—	—	—	—	
	SiO_2	SiO_2 — 11,56 %	Ataque por FH (FNa + SO_4H_2)	Alguns mg	—	Reacção da gota de água + Malibdato + benzidina	Intensa coloração	SiO_2		
Dolomite	Mg	Mg — n.d.	Reagente sobre o minério (pulverizado)	»		Difenilcarbazida	—		Mg	Diferenciação da Magnesite (ver técnica)
			Minério calcinado + reagente	»		»	Resíduo intensamente corado	Mg		

QUADRO N.° 6

Minerais	Composição		Método de ataque	«Tomas» para a Análise	Tempo de Ataque	Reagente empregado	Nitidez da gota ou mancha coradas	Caracterização		OBSERVAÇÕES
	Qualitativa	Percentagem						Positiva	Negativa	
Esmaltite-cloantite (origem desconhecida)	Co	Co — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 1/2 min	Papel de Tiocianeto de mercúrio + FNA	Intensa coloração	Co		Não foi necessário juntar Zn^{++}
			Dissolução em NO_3H	~ 2 mg		»	»	Co		Confirmado pela dissolução
	Ni	Ni — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 1/2 min	Papel de dimetilglióxina + OHAm	Manchas de intensa coloração (misturadas com manchas de Co + Fe)	Ni (Co + Fe)		
			Dissolução em NO_3H (mesmo ensaio de Co)	~ 2 mg		»	Manchas de intensa coloração (separação capilar de Co)	Ni		
	Sb	Sb — n.d.	»			Papel de Rodamina B	—	—	Sb	
	Cu	Cu — n.d.	Electrografia	»	~ 2 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	—	—	Cu	
	Zn	Zn — n.d.	Dissolução em NO_3H	~ 2 mg		Tiocianeto de mercúrio (depois de separação do Co)	Tenue coloração	Vestígios Zn		
	Pb	Pb — n.d.	Dissolução em NO_3ClH	~ 2 mg		Benzidina	—		Pb	
	As	As — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 2 min	Papel de Cl_2Sn	Mancha de intensa coloração	As		
	$S^{=}$	$S^{=}$ n.d.	Sobre o minério (pulverizado)	~ 2 mg	Imediato	Iodo-Azoteto de sódio	Nítido	$S^{=}$		
Galena	Pb	Pb — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 4 min	Papel de CrO_4Ba	Mancha muito nítida	Pb		
			Dissolução em ClH	~ 1 mg		Benzidina	Intensa coloração	Pb		
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n.d.	Reagente sobre minério (não pulverizado)		Instantâneo	Iodo-Azoteto de sódio (aquecido)	Fortemente positivo	$S^{=}$		
Galena	Pb	Pb — n.d.	Dissolução em ClH	~ 2 mg		Benzidina	Intensa coloração	Pb		
	Ni	Ni — n.d.	(ataque anterior)	»		Dimetilglioxima + OHAm separação capilar de Co	Mancha nítida	Ni		
	Co	Co — n.d.	»	»		Tiocianeto de mercúrio + Zn^{++}	»	Co		
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n.d.	Reagente sobre minério (pulverizado)	»	Instantâneo	Iodo-Azoteto de sódio	Fortemente positivo	$S^{=}$		
Granada almandina	Al	Al — n.d.	Fusão com CO_3NaK	»		Quinalizarina (+ Ac.° Acet.°)	Intensa coloração	Al		
	SiO_2	SiO_2 — n.d.	»	»		Reacção da gota de água + molibdato + benzidina	»	SiO^2		
	Mg	Mg — n d.	»	»		Quinalizarina	»	Mg		
	Fe	Fe — n.d.	»	»		$FeCy_6Zn_2$	»	Fe		
	Mn	Mn —	»	»						

QUADRO N.° 7

Minerais	Composição		Método de ataque	«Tomas» para a Análise	Tempo de Ataque	Reagente empregado	Nitidez da gota ou mancha coradas	Caracterização		OBSERVAÇÕES
	Qualitativa	Percentagem						Positiva	Negativa	
Garnierite (origem desconhecida)	Ni	Ni — n.d.	Fusão com CO_3 Na K + O_2Na_2	Alguns mg		Dimetilglióxima + OHAm	Intensa coloração	Ni		
			Processo «sandwich» (ClH)	Camada de grão grosseiro	~ 3 min	»	»	Ni		
	Mg	Mg. — n.d.	Na fusão anterior			Quinalizarina	Intensa coloração	Mg		
	Al	Al — n.d.	»			Quinalizarina + Ác.° Acético	»	Al		
	Cr		»			Difenilcarbazida	—		Cr (CrO_4=)	
	SiO_2	SiO_2 — n.d.	Ataque por FH ($FNa - SO_4H_2$)	Alguns mg		Reacção da gota de água + Molibdato + benzidina	Intensa coloração	SiO_2		
Ilmenite	Ti	Ti — n.d.	Ataque com SO_4H_2	Camada de grão grosseiro		Ácido cromotrópico sólido	»	Ti		
	Fe	Fe — n.d.	Processo «sandwich» (ClH)	Alguns mg	~ 1 min	Papel de Fe Cy_6 Zn_2	Mancha muito nítida	Fe		
	Al	Al — n.d.	Fusão com $S_2O_7K_2$	»		Quinalizarina + Ác.° Acético	Gota de leve coloração	Al		
Jamesonite	Sb	Sb — n.d.	Processo «sandwich» (ClH)	Pequenos farrapos	~ 1 min	Rodamina B	Mancha intensamente corada	Sb		
	Pb	Pb — n.d.	Dissolução em ClH	»		Benzidina	Intensa coloração	Pb		
	S=	S= — n.d.	Reagente sobre o minério		Imediato	Iodo-Azoteto de sódio	Fortemente positivo	S=		
Magnetite	Fe	Fe — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 1 min	Papel de Fe Cy_6 Zn_2	Mancha muito nítida	Fe		
Malaquite	Cu	Cu — n. d.	Contacto ácido (papel de $FeCy_6Zn_2$ + ClH)		~ 1/2 min	»	Mancha intensamente corada	Cu		
Molibdenite	Mo	Mo — n.d.	Ataque por vapor ácido (ClH)		~ 4 min	Tiocianeto de amónio + Tiosulfato de sódio	»	Mo		Caracterização feita directamente sobre pequena inclusão do mineral em quartzo
			Ataque por vapor ácido NO_3H		~ 4 min	Papel de xantogenato de potassio	»	Mo		
	S=	S= — n.d.	Reagente sobre o minério		Imediato	Iodo-Azoteto de sódio (aquecido)	Fortemente positivo	S=		
Pirite	Fe	Fe — n.c.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 1/2 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	Mancha intensamente corada	Fe		
	Cu	Cu — n.d.	Dissolução em NO_3H + ClK	Alguns mg		»	Mancha tenue	Cu		
	Sb	Sb — n.d.	»	»		Rodamina B	Leve coloração	Sb		
	Zn	Zn — n.d.	»	»		Tiocianeto de mercúrio + Co^{++}	Mancha de leve coloração	Zn (Vestigios)		
	S=	S= — n.d.	Reagente sobre o minério		Instantâneo	Iodo + Azoteto de sódio (aquecido)	Fortemente positivo	S=		

QUADRO N.° 8

Minerais	Composição		Método de Ataque	«Tomas» para a Análise	Tempo de Ataque	Reagente empregado	Nitidez da gota ou mancha coradas	Caracterização		OBSERVAÇÕES
	Qualitativa	Percentagem						Positiva	Negativa	
Pirolusite	Mn	Mn = 42,97 %	Dissolução em ClH	~ 1 mg	—	Benzidina	Intensa coloração	Mn		
			Dissolução em NO_3H	~ 1 mg		Nitrato de prata Amoniacal	»	Mn		
	Fe	Fe — n.d.	Contacto ácido — (ClH)		~ 1 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	»	Fe		
Siderite	Fe	Fe — n.d.	Contacto ácido (papel de $FeCy_6Zn_2$ + ClH)		~ 1 min	»	»	Fe		
Tenantite	Cu	Cu — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 1/2 min	»	»	Cu		
	As	As — n.d.	»	»	~ 2 min	Papel de Cl_2Sn	Mancha muito nítida	As		
	Sb	Sb — n.d.	Dissolução em NO_3H + ClH	Alguns mg.		Rodamina B	Intensa coloração	Sb		
	Zn	Zn — n d.	»	»		Tiocianeto de mercúrio + FNa	Indeciso		Zn ?	
	Fe	Fe — n.d.	»	»		Tiocianeto	Intensa coloração	Fe		
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n. d.	Reagente sobre o minério	—	Imediato	Iodo-Azoteto de sódio	Fortemente positivo	$S^{=}$		
Tetraedrite	Cu	Cu — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 1/2 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	Mancha muito nítida	Cu		
	Sb	Sb — n.d.	»	»	~ 2 min	Papel de Rodamina	»	Sb		
			Contacto ácido (NO_3H)		~ 2 min	»	»	Sb		
	Zn	Zn — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 2 min	Tiocianeto de mercúrio + FNA	»	Zn		
			Dissolução em NO_3H + ClH	Alguns mg		»	»	Zn		
	Fe	Fe — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 5 min	Papel de $FeCy_6Zn_2$	—		Fe	
			Dissolução em NO_3H + ClH (no mesmo ensaio anterior)	Alguns mg		»	Mancha leve mas nítida	Fe		
	Pb	Pb — n.d.	»	»		Benzidina	—		Pb	
	Mn	Mn — n.d.	»	»		»	—		Mn	
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n.d.	Reagente sobre o minério (pulverizado)	»	Instantaneo	Iodo-Azoteto de sódio	Fortemente positivo	$S^{=}$		
Zinkenite (Origem desconhecida)	Pb	Pb — n.d.	Dissolução em NO_3H + ClH	»		Benzidina	Mancha nítida	Pb		
	Sb	Sb — n.d.	Electrografia	Pedaço não pulverizado	~ 2 min	Rodamina B	»	Sb		
			Contacto ácido (NO_3H)	»	~ 2 min	»	»	Sb		
	Zn	Zn — n.d.	Electrografia	»	~ 2 min	Tiocianeto de mercúrio + FNa	»	Zn		
			Contacto ácido ClH)	»	~ 5 min	»	»	Zn		
	$S^{=}$	$S^{=}$ — n.d.	Reagente sobre o minério	—	Imediato	Iodo-Azoteto de sódio a quente	Fortemente positivo	$S^{=}$		
Wolframite	W	WO_3 — 65 %	Fusão com CyK + CO_3KNa	Alguns mg.	—	Redução (óxidos azuis)	Intensa coloração	W		
	Sn	Sn — 1,25 %	»	»		Cacotelina	Mancha nítida	Sn		

Ao Senhor Prof. Eng. Herculano de Carvalho, Director do Laboratório de Química Analítica do I. S. T., a quem se deve a ideia e toda a boa vontade no sentido da organização e desenvolvimento duma secção de semi-micro análise, muito agradeço o ter-me concedido e facilitado as condições de trabalho necessárias à realização deste estudo [1] e bem assim o interesse com que o acompanhou até à sua publicação.

Aos Senhores Prof. Eng. Amílcar de Jesus e Eng. Luís de Saldanha, respectivamente Director e Assistente do Museu e Laboratório de Mineralogia do I. S. T., apresento os meus agradecimentos pelos esclarecimentos dados, indicações bibliográficas e amostras oferecidas.

Ainda, aos Senhores João Jantz e Azevêdo Lopes — da Secção Fotográfica da Associação dos Estudantes do I. S. T. — agradeço a amabilidade das fotografias.

Laboratório de Química Analítica, Março de 1946.

[1] Estudo feito no Laboratório de Química Analítica do Instituto Superior Técnico.

BIBLIOGRAFIA

(1) — F. Feigl — «*Qualitative Analysis by Spot Tests*»
Elsevier — Amsterdam — 1939

(2) — Low-Weinig-Schoder — *Technical Methods of Ore Analysis*
New-York — John Wiley — 1939

(3) — Emich-Schneider — *Microchemical Laboratory Manual*
New-York — John Wiley — 1932

(4) — C. B. Clark and H. W. Hermance — *Ind. Eng. Chem. (Anal. Ed.)* 1937 — 9,292.

(5) — F. C. Hahn — *Microchemie* — 10,319 — — 1931

(6) — C. B. Clark and H. W. Hermance — *Ind. Eng. Chem. (Anal. Ed.)* — 1938 — 10,591

(7) — R. H. Rastall — *Physico-Chemical Geology*

(8) — Allmand and Ellingham — *The principles of applied electrochemistry* — London 1924

VIDA ESCOLAR E ASSOCIATIVA

Acta da reunião da Direcção da A. E. I. S. T. em 4-5-946

— Faltou o Tesoureiro.

— Lida a correspondência desde a última reunião, Bessone Bastos lamentou que a Assembleia Geral não tenha ainda continuado os seus trabalhos para aprovação dos Estatutos, dado o perigo de não ficarmos com Estatutos aprovados definitivamente.

— Bento Louro esclareceu que o Presidente da Mesa da Assembleia Geral aguarda o regresso do Sr. Director do I. S. T. para se marcar o recomeço da Assembleia.

— Aos devedores à Caixa de Empréstimos de Honra e Subsídios que não pagaram no prazo aceite, foi resolvido conceder um prazo de trinta dias para liquidação das suas dívidas. Findo êste prazo, serão irradiados da Associação e todos os documentos relativos ao emprestimo serão afixados em lugar de destaque nas vitrines.

— Foi proposto e aprovado que se exija da Junta de Delegado a comunicação directa à Direcção de todas as suas resoluções, pois pode suceder que estas duas entidades estejam a tratar de um mesmo assunto com orientações absolutamente opostas.

— Resolveu-se organizar no próximo dia 10 do corrente um jantar de homenagem a todos os desportistas do Tecnico.
— Assinou-se o contrato para a instalação da barbearia com o Sr. Oliveira.

A DIRECÇÃO

PUBLICAÇOES RECEBIDAS

Não periódicas

Determinação Radiotelegráfica da Longitude e Problemas correlativos, por José António Madeira. — Publicação do Sindicato Nacional dos Engenheiros Geógrafos.

O melhoramento dos Portos Continentais e Insulares de Portugal. — Direcção dos Serviços Hidráulicos.

Localisação das Cartas Hidrográficas do Arquipélago da Madeira no Elipsoide Internacional, por Pires de Matos.

Anuário dos Serviços Hidráulicos — 1942-1943.

Índice das minas concedidas, coligidas por Manuel Marques Pinheiro. — Direcção Geral de Minas e Serviços Geológicos.

Os nossos interesses de Nação — Edição do S. N. I.

Periódicas

COLOMBIA

MEMORIAL DEL ESTADO MAYOR — Janeiro e Fevereiro de 1946.

PORTUGAL

ARQUITECTURA PORTUGUESA e CERAMICA E EDIFICAÇÃO — Outubro de 1945.

AGRONOMIA LUSITANA — Anos de 1943-1944.

BOLETIM DA MOCIDADE PORTUGUESA — N.º 2 — Vol. VI.

BOLETIM GERAL DAS COLÓNIAS — Janeiro e Fevereiro de 1946.

BOLETIM DA JUNTA NACIONAL DE CORTIÇA — Março de 1946.

BROTÉRIA — Fascículos 3 e 4 de 1946.

ESTUDOS — N.ºs 3 e 4 de 1946.

GIL VICENTE — Janeiro e Fevereiro de 1646.

INDÚSTRIA PORTUGUESA — Fevereiro de 1946.

GAZETA DOS CAMINHOS DE FERRO — N.ºs 1400.

O TRIPEIRO — Março de 1946.

PORTUCALE — Fevereiro de 1945.

REVISTA DE ARTILHARIA — Abril de 1946.

REVISTA DA FACULDADE DE ENGENHARIA — Junho de 1945.

REVISTA AGRONÓMICA — N.º 3 — 1944.

SEARA NOVA — N.ºs 971 a 976.

SUIÇA

REVUE BROWN BOVERI — Julho e Agosto 1944.

C. D. 025.3 : 025.45

Ficheiro — *José Maria Seguro.*
Técnica, ano xx, n.º 156, pág. 437, Maio de 1945

Ensino Superior

C. D. 378

Problemas da formação e da actividade dos engenheiros — *Eng.º Ricardo Teixeira Duarte.*
Técnica, ano xxi, n.º 163, pág. 785, Março de 1946.

C. D. 378

Para a defesa do título de Engenheiro — *Eng.º A. de Almeida Garrett.*
Técnica, ano xx, n.º 152, pág. 137, Janeiro de 1945.

C. D. 378

A exposição da construção nas colónias portuguesas, realizada no Instituto Superior Técnico.
Técnica, ano xx, n.º 151, pág. 120, Dezembro de 1944.

C. D. 378

Obra urgentíssima — *Fausto Gonçalves Henriques.*
Técnica, ano xx, n.º 150, pág. 1, Novembro de 1944.

C. D. 378.1

La industria y el problema del aprendizaje — *J. Negri.*
Ciencia y Tecnica, vol. 105, n.º 520, pág. 329, 1945.

620 Resistência de materiais e Estabilidade

C. D. 620.1

Teoria essencial de las propriedades físicas, etc. — *M. Durrieu.*
Ciencia y Tecnica, vol. 105, n.º 520, pág. 276, 1945.

C. D. 531.25

Resistencia de las vigas sometidas a la acción de los pares de fuerzas. — *Ivan A. Gavrilof.*
La Ingenieria, vol. xlix, n.º 850, n.º 8, pág. 543, Agosto de 1945.

C. D. 539.3

Notas sobre los teoremas de mínima — *Sieburger.*
Ciencia y Tecnica, vol. 105, n.º 521, pág. 354, 1945.

621 Máquinas eléctricas

C. D. 621.335.42 (494) : 625.28

Nouvelles automotrices pour les chemins de fer Fribourgeois et le Montreux-Oberland Bernois. — *E. Schrœder (C. C.)*
Revue Brown Boveri, ano xxxi, n.º 8, pág. 257, Agosto de 1944.

C. D. 539.4.01

D'une représentation graphique des caractéristiques de la résistance — *A. Meldahl (C. C.)*
Revue Brown Boveri, ano xxxi, n.º 8, pág. 260, Agosto de 1944.

C. D. 621.398 : 621.311.21
621.311.21 (469)

Exploitation économique des centrales de moyenne puissance grace a la télécomande et a l'automaticité — *M. Ebersberger.*
Un exemple intéressant: Les centrales d'Ermal au Portugal.
Revue Brown Boveri, ano xxxi, n.º 7, pág. 222, Julho de 1944.

C. D. 621.314.65

L'Essor des mutateurs a ventilation forcée, système Brown Boveri — *C. Brynhildsen (H. D.)*
Revue Brown Boveri, ano xxxi, n.º 7, pág. 215, Julho de 1944.

C. D. 621.316.7

Appareil pour l'étude des réglages — *Dr. J von Freudenreich (F. Hu).*
Revue Brown Boveri, ano xxxi, n.º 7, pág. 228, Julho de 1944.

C. D. 621.335.42.004.67

Augmentation de la puissance d'automotrices existentes de tramways et chemins de fer vicinaux. — *G. Manta (Mta).*
Revue Brown Boveri, ano xxxi, n.º 7, pág. 233, Julho de 1944.

C. D. 621.311.21 : 669.621.181.65 Velox.

Nouvelle installation pour la production de force motrice et de vent, avec générateur de vapeur Velox à gaz de haut fourneau, dans une aciérie — *E. Maraini.*
Revue Brown Boveri, ano xxxi, n.º 7, pág. 235, Julho de 1944.

C. D. 621.316.718.5 : 621.165

Le régulateur de vitesse sans frottement Brown Boveri pour turbines et l'essai de son fonctionnement — *G. Broggi (C. C.)*
Revue Brown Boveri, ano xxxi, n.º 7, pág. 236, Julho de 1944.

C. D. 621.314.65

La plus ancienne et la plus moderne installation de mutateurs de Suisse — *C. Brynhildsen.*
Revue Brown Boveri, ano xxxi, n.º 7, pág. 237, Julho de 1944.

C. D. 621.316.728

Le réglage des machines motrices et la réparfition de la charge dans les réseaux interconnectés — *G. Broggi (C. C.)*

Revue Brown Boveri, ano XXXI, n.º 8, pág. 243, Agosto de 1944.

C. D. 621.34 : 621.9

Commande électrique a réglage progressif de la vitesse pour machines-outils — *M. Steinebrunner (C. C.).*

Revue Brown Boveri, ano XXXI, n.º 8, pág. 250, Agosto de 1944.

621 Máquinas

C. D. 621.577

Comment chauffer à l'aide d'une thermopompe une usine avec de la chaleur prélevée de l'eau froide d'une rivière.

Revue Brown Boveri, ano XXXI, n.º 7, pág. 238, Julho de 1944.

C. D. 621.183.318

Le niveaumétre — *A. Spoerli (Ge).*

Un apareil intéressant: indicateur de niveau pour les trés hautes pressions et de réglage pour les modes de fabrication importants.

Revue Brown Boveri, ano XXXI, n.º 8, pág. 270, Agosto de 1944.

C. D. 536.717

Ciclos frigoríficos — *A. Estrada.*

Ciencia y Tecnica, vol. 105, n.º 520, 1945, pág. 249, vol. 105, n.º 521, pág. 372, 1945.

C. D. 621.43

Transformación de un motor a explosión en motocompresor — *Eng.º Hector C. Rosaspini.*

La Ingenieria, vol. XLIX, n.º 850, n.º 8, pág. 523, Agosto de 1945.

622 Minas

C. D. 622.1 : 549

Laboratório portátil especialmente para uso de mineralogistas, adaptado às técnicas de micro-análise. — *Eng.º Isabel Meleças Gago.*

Técnica, ano XXI, n.º 163, pág. 789, Março de 1946.

C. D. 622.76

Eficácia da preparação mecânica de minérios — *Eng.º Carlos Gonçalves.*

Técnica, ano XX, n.º 153, pág. 233, Fevereiro de 1945.

C. D. 622.3

Algumas notas sobre o campo filoneano da Panasqueira — *Eng.º Alexandre Avelar Barbosa.*

Técnica, ano XX, n.º 150, pág. 11, Novembro de 1944.

624 Construções civis

C. D. 624.154/5

Estacas para fundações — *Eng.º Fernando Vasco Costa.*

Tendo como plano de trabalho:

Introdução — Generalidades sobre estacas.
Cap. I — Estacas de madeira.
Cap. II — Estacas de betão.
Cap. III — Estacas metálicas.
Cap. IV — Estacas de areia.
Cap. V — Processos de afundamento das estacas e seus moldes.
Cap. VI — Funções que as estacas podem desempenhar.
Cap. VII — Cargas suportadas pelas estacas.
Cap. VIII — Critérios de escolha de tipos de fundações e estacas.

Técnica, ano XXI, n.º 162, pág. 737, Fevereiro de 1946, e n.º 163, pág. 807, Março de 1946.

C. D. 69.024.2

Toitures métalliques préfabriquées.

L'ossature Métallique, ano X, n.os 9-10, pág. 180, Set.-Out. de 1045.

C. D. 690

La coordenation dans la construction du bâtiment — *Roger Lambert.*

L'ossature Metallique, ano X, n.os 9-10, pág. 193, Set.-Out. de 1945.

C. D. 69.0012

Sanatório das Penhas da Saúde — *Arq. Cotineli Telmo.*

Arquitectura Portuguesa, ano XXXVIII, n.º 127, 3.ª série, pág. 6, Outubro de 1945.

C. D. 69.02

El problema del «fondo» en el código de la edificación — *Eng.º Francisco de la Puente.*

La Ingenieria, vol. XLIX, n.º 850, n.º 8, pág. 533, Agosto de 1945.

C. D. 691.33 : 666.977

Sistema de construção G. Tombu à base de blocos e placas ensambladas — Patenteado.

Técnica, ano XXI, n.º 163, pág. 849, Março de 1946.

625 Estradas

C. D. 629.11 : 625

El problema de los transportes en la Argentina ante el vencimiento del artigo 8.º de la ley Mitre (n.º 5:315) — *Dr. Carlos M. Moret.*

La Ingenieria, vol. XLIX, n.º 850, n.º 8, pág. 512, Agosto de 1945.

C. D. 625

Aerédromo do Porto.

Trata: características do aeródromo, terraplanagens, drenagem, com tipos de colectores, cálculo da rede, mapas de terraplanagens e de drenagem.

Civitas, ano I, n.º 1, pág. 137, 1445.

C. D. 625

Aérodrome flottant «Lily».

L'ossature Metallique, ano X, n.ºs 9-10, pág. 165, Set-Out. de 1945.

625 Caminhos de ferro

C. D. 625.2

Tracción ferroviária moderna — *E. Mallol.*

Ciencia y Tecnica, vol. 105, n.º 521, pág. 335, 1945.

627 Hidráulica agrícola

C. D. 621.311

A nova Central Eléctrica de Rupperswil-Avenstein — *Eng.º P. Tresch.*

Suiça Tecnica, ano XXIV, n.º 2, pág. 21, Set. de 1945.

C. D. 626/627

Sempre o problema da água — *Eng.º Antônio Trigo de Morais.*

Técnica, ano XX, n.º 153, pág. 203, Fevereiro de 1945.

C. D. 627.511

O aguaceiro de 18 de Novembro de 1945 caído sobre Lisboa — *Eng.º Álvaro Nobre da Veiga Garcia.*

Técnica, ano XXI, n.º 163, pág. 838, Março de 1946.

627 Trabalhos marítimos

C. D. 627.223

A acção das correntes litorais nos portos marítimos — *Dr. Eng.º Edgar Schultze.*

Técnica, ano XX, n.º 152, pág. 139, Janeiro de 1945.

C. D. 627.2

Um caso insólito de ataque do «teredo» — *Eng.º João Carlos Alves.*

Técnica, ano XX, n.º 150, pág. 4, Novembro de 1944.

666 Betão armado

C. D. 666.987

O cálculo dos reservatórios circulares de betão armado — *Eng.º José Gomes Alvarez.*

Técnica, ano XX, n.º 152, pág. 156, Janeiro de 1945.

C. D. 624.012.404 : 666.987

Cálculos de paredes de depósitos cilíndricos — *Sobrino Aranda.*

Ciencia y Tecnica, vol. 105, n.º 520, pág. 299, 1945, vol. 105, n.º 521, pág. 396, 1945.

669 Metalurgia

C. D. 539.412 : 621.791

O tratamento térmico como factor elementar de qualidade — *Eng.º A. Marques da Paixão.*

Técnica, ano XX, n.º 153, pág. 213, Fevereiro de 1945.

691 Materiais de Construção

C. D. 691 : 626

El barro arcilloso como impermeabilizante en obras hidráulicas.

Da Revista Die Bautechnik de 26 de Maio de 1944.

Revista de Obras Públicas, ano XCIII, n.º 2767, pág. 531, 1 de Novembro de 1945.

C. D. 691.2 : 553

La importancia de la humedad en la arena.

Cemento-Hormigón, ano XIII, n.º 141, pág. 304, Dezembro de 1945.

C. D. 691

Fiscalização de Obras Públicas — *Eng.º Horácio de Moura.*

Este trabalho consta de três partes:

1.ª parte — Materiais de construção. Contém 3 capítulos referentes sucessivamente aos materiais principais, materiais aglomerantes e materiais auxiliares.

2.ª parte — Ensaios essenciais para pôr em evidência as propriedades dos materiais.

3.ª parte — Projecto dum laboratório de ensaios expeditos de materiais. Compilação de regulamentação. Conclusões.

Comentário: Eng.º Júlio Corrêa Guedes (Técnica, n.º 152, pág. 189).

Comentário: Eng.º Horácio de Moura (Técnica, n.º 153, pág. 264).

Técnica, ano XIX e XX, n.ºs 140 a 152.

711 Urbanismo

C. D. 725 09 : 711/12

Le tracé d'un plan d'Urbanisation — *Arq.-Urbanista Etienne de Groër.*

Técnica, ano XX, n.º 157, pág. 463, Julho de 1945.

Fábrica Nacional de Condutores Eléctricos, L.da

VENDA NOVA — AMADORA

●

CONDUTORES ELÉCTRICOS

CEL

Fabricados pela indústria nacional segundo as Normas de segurança das instalações de Baixa Tensão

●

CONCESSIONÁRIOS GERAIS:

SODIL — Sociedade Distribuïdora, L.da

R. NOVA DA TRINDADE, 15-C

LISBOA

SE NÃO SABE CONTAR "COMO ACONTECEU", MOSTRE OS SEUS INSTANTANEOS KODAK! ÉLES FALARÃO POR SI.

Kodak

KODAK LTD • RUA GARRETT • LISBOA

Companhia União Fabril

Sede: Rua do Comercio, 49

LISBOA

O MAIOR AGRUPAMENTO INDUSTRIAL DA PENINSULA IBÉRICA

Fábricas em:

Alferrarede, Barreiro, Canas de Senhorim, Lisboa, Mirandela, Óbidos, Porto, Soure e Vila Nova de Gaia.

Superfosfatos, Sulfatos de Cobre, Enxofre, Sabões, Acidos, Oleos industriais e alimentares, Azeites, Torteame, Sacarias, Grossarias, Fios, Carpetes e Mangueiras.

Oficinas de:

Construções metalicas, Mecânica geral de Automoveis e Engrenagens

Fundição de:

AÇO, FERRO E OUTROS METAIS

Construção Naval

(Arrendataria do estaleiro naval da A. G. P. L.)

Metalurgia de Ouro e Prata — Refinação electrolitica

Sondages. Etanchements. Consolidations

Sondagens geológicas

Estudo da resistência e permeabilidade de terrenos; laboratório geofísico

Consolidação e impermeabilização de terrenos e alvenarias por meio de injecções de cimento, produtos químicos, emulsão betuminosa Shellperm, etc.

Estacas de beton armado, sistema **Ródio** sem fazer trepidar o solo

Rebocos comprimidos por «cement gun»

Fundações em terrenos difíceis por congelação artificial, ou baixando o nível da água friática.

Engenheiro delegado para Portugal

Walter Weyermann

P. do Município, 32-2.°—LISBOA Tel. 2 8685

"Procédés Ródio"

Sociedade Anónima com séde em PARIS

As melhores referências no país e no estrangeiro

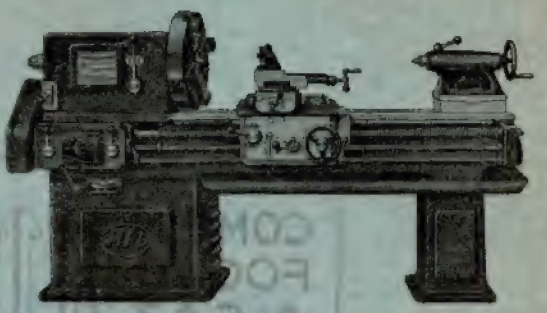
COM UM
FOGÃO
A GAZ
NÃO HÁ MÁS
COZINHEIRAS
e 11
FÁBRICA PORTUGAL
PRAÇA DOS RESTAURADORES, 49-57 - TEL. 24948

LIVROS TÉCNICOS

GRANDE SORTIDO
PREÇOS NORMAIS

PIMENTEL & CASQUILHO, L.DA
Rua Eugénio dos Santos, 75
Telef. 24314-24315 LISBOA

TORNOS DE QUALIDADE



Fabricados segundo tolerâncias «Schlesinger», NA ORDEM DO 1/100 mm e empregando aços especiais, também de Cr-Ni, os nossos tornos são PELO MENOS TÃO BONS COMO OS MELHORES ESTRANGEIROS

Máquinas de Precisão, Ltd.ª

(Director: Eng. J. d'Arriaga de Tavares)

45, Rua da Boa Vista, 49-1.º

TELEF. 6 1581 LISBOA

Cimento «Liz» hidrofugado «N»

PRÓPRIO PARA

IMPERMEABILIZAÇÃO DE OBRAS

REBOCOS, FUNDAÇÕES, PAREDES, ETC.

Substitue com vantagem de ordem técnica e económica todos os impermeabilizadores conhecidos.

Em sacos de papel de 50 quilos

Peçam instruções para o seu emprêgo

Sede: Rua do Cais de Santarém, 64, 1.º — LISBOA
Filial: Rua de Santo António, 190-A, 1.º — PORTO

Agentes em todo o País

MÁRMORES

aos melhores preços
Em todas as aplicações

IIII

A MAIOR PRODUÇÃO DO PAÍS

IIII

Pedidos à

Sociedade dos Mármores de Portugal, L.da

Rua de S. Domingos de Benfica, 63

LISBOA

MÁQUINAS PARA:

Oficinas Metalúrgicas
Serrações e Carpintarias
Minas, Pedreiras, Construção Civil
Estaleiros Navais, Garagens

Motores, Moto-bombas, Burrinhos, etc.

REFRIGERAÇÃO MODERNA
PELOS COMPRESSORES «BRUNNER»

Máquinas e Ferramentas Sacavém, Ltd.a

Avenida Almirante Reis, 80-B a 80-E — Lisboa
Rua Domingos José de Morais, 35 a 37 — Sacavém

A. C. ROLIM & C.A, L.DA

TODAS AS MÁQUINAS PARA CONSTRUÇÃO CIVIL E MECÂNICA

BETONEIRAS
MOTO MISTURADORES
BOMBAS PARA BETÃO (PUMPCRETE)
BOMBAS CENTRÍFUGAS
PAVIMENTADORES
MÁQUINAS PARA ARGAMASSAR
GUINCHOS
CILINDROS PARA ESTRADA
MATERIAL COMPRESSOR E DE ESCAVAÇÃO
UNIDADES FRIGORÍFICAS ATÉ 5 CV

FREZAS
MÁQUINAS DE RECTIFICAR
ESCATELADORES, ETC. ...

ESCRITÓRIOS:
RUA DOS CORREEIROS, 40, 2.º-D.
LISBOA

Para impermeabilizar terraços, paredes, fundações, etc.

CONTRA A HUMIDADE

FABRICA EM SACAVÉM

TELEFONE 20879 TELEG. EPALDA—LISBOA

Motores eléctricos. Transformadores.
Geradores e alternadores eléctricos.
Ferramentas eléctricas.
Bombas para todos os líquidos e tôdas as profundidades.
Grupos moto-bombas.
Motores de explosão para fins industriais e agrícolas.

Oficinas de:

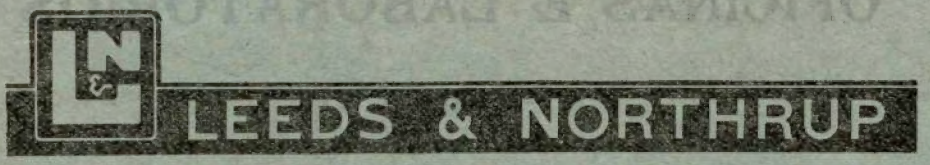
Reparação e transformação de motores eléctricos e de explosão.
Transformadores e aparelhos eléctricos.

MECANO ELÉCTRICA, L.DA

RUA DA BOA VISTA, 88-94—LISBOA

TELEFONE: 22300 Telegramas: MECTRICA

APARELHAGEM ELÉCTRICA
INDUSTRIAL E DE PRECISÃO



Para MEDIDAS E CONTROLE

Frequência	Densidade de fumos	Fluxos de água e vapor
Potência e carga	Análise de líquidos	Temperatura
Análise especrográfica	Condutibilidade electrónica	Tensão, corrente, etc.
Análise de gases	Combustão	Resistência e condutibilidade
Humidade	Velocidade	Características de dieléctricos

FORNALHAS eléctricas para tratamento de metais pelo calor

Sociedade **electrom** Limitada

LARGO DO DIRECTORIO, 8 LISBOA TELEFONE 2 2277

TABELAS TÉCNICAS

PARA

ENGENHARIA CIVIL

Compiladas por Nuno Abrantes e A. Celestino da Costa
Sob a direcção do Prof. VICENTE FERREIRA
2.ª EDIÇÃO

INSERE: Tabelas matemáticas; Tabelas com características mecânicas de diversos materiais; Perfis laminados, simples e compostos; Tabelas para o cálculo de peças compridas comprimidas (Fórmulas de Rankine, Euler e Tetmayer, Vierendeel), Tabelas de betão armado; Esgotos, etc.

Á venda na redacção da TÉCNICA

Preço 65$00 **Para assinantes 10 % de desconto**

OFICINAS E LABORATÓRIOS

DO

INSTITUTO SUPERIOR TÉCNICO

As oficinas pedagógicas do Instituto Superior Técnico, de CARPINTARIA DE MOLDE, de INSTRUMENTOS DE PRECISÃO e de ELECTROTÉCNICA, fornecem todo o género de material escolar e de demonstração para o ensino técnico. Nos laboratórios de QUÍMICA ANALÍTICA, FÍSICA INDUSTRIAL E DE MINERALOGIA executam-se análises para o público

Para quaisquer informações, dirigir-se ao secretário da comissão executiva

Emprêsa de Sondagens e Fundações

TEIXEIRA DUARTE, L.DA

RUA DA BETESGA, 57, 3.°
TELEF. 2 3962

LISBOA

SOCIEDADE ANÓNIMA

BROWN, BOVERI & CIE.

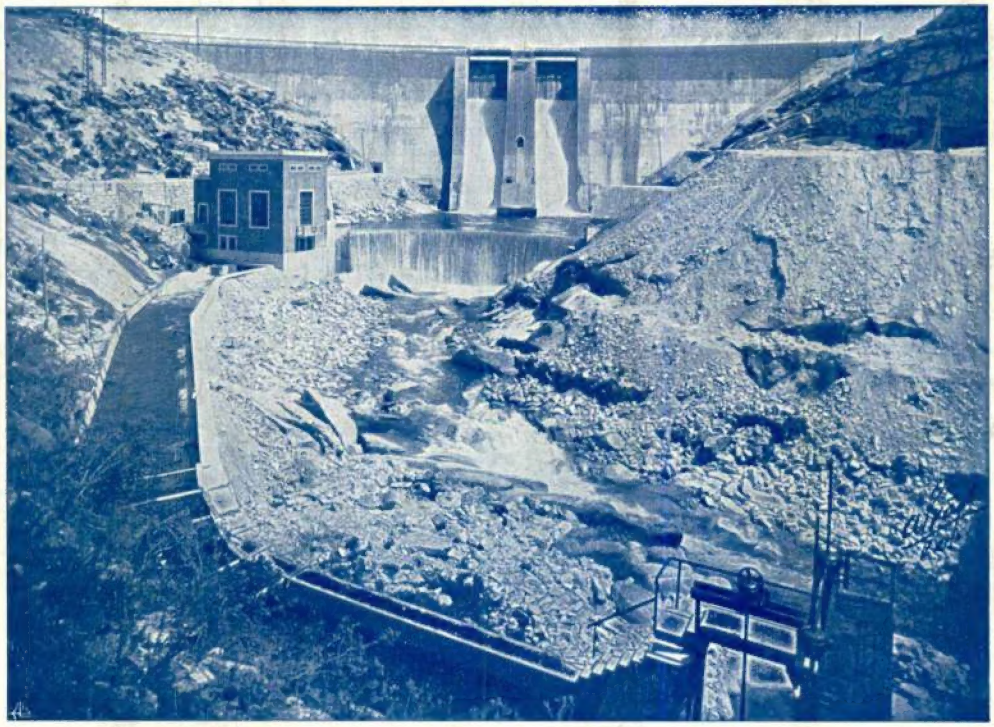
BADEN (SUISSA)

Representante geral para Portugal e Colónias:

EDOUARD DALPHIN

Escritório Técnico: Praça de D. João I, 25, 3.º Dir. // PORTO // Tel. 2411

Máquinas eléctricas, transformadores, mutadores, aparelhos para alta e baixa tensão. Montagem completa de centrais termo e hidro-eléctricas. Electrificação de fábricas e de caminho de ferro. Locomotivas, e auto-motoras eléctricas e Diesel-eléctricas. Máquinas de extracção. Turbinas a vapor. Geradores de vapor Velox. Máquinas frigoríficas. Grupos e transformadores para a soldadura pelo arco. Fornos eléctricos. Comandos eléctricos especiais para tôdas as máquinas utilizadas nas Fábricas de Fiação, Tecelagem Acabamentos, Estamparia, Cimento, Moagem, Material de alta frequência, Telegrafia, Telefonia, Telecomando, etc.



Barragem do Ermal, da Companhia Electro-Hidráulica de Portugal, com 20 milhões de metros cúbicos de capacidade da albufeira. Na parte central, duas comportas automáticas, da casa construtora «Ateliers des Charmilles», de 9 × 5 metros, para a evacuação das cheias. Em baixo, a central automática de Guilhofrei (I) com uma turbina vertical tipo Kaplan (Ateliers des Charmilles) de 2750 cavalos e o canal de condução da água à central do Ermal (central II) com uma turbina vertical tipo Francis de 6250 cavalos (Ateliers des Charmilles) e duas horizontais Escher-Wyss de 500 e 1500 cavalos. Tôda a parte eléctrica (alternadores, transformadores, aparelhos de 2000 e 30000 Volts) da casa BROWN, BOVERI & Cie.